

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



TESIS

**PRECIPITACIÓN INDUCIDA POR DEFORMACIÓN POR EL
MÉTODO DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS EN UNA
SUPERALEACIÓN BASE NÍQUEL**

**POR
ANA ISABEL MACÍAS GARCÍA**

**COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON
ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

JUNIO 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



TESIS

**PRECIPITACIÓN INDUCIDA POR DEFORMACIÓN POR EL
MÉTODO DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS EN UNA
SUPERALEACIÓN BASE NÍQUEL**

**POR
ANA ISABEL MACÍAS GARCÍA**

**COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON
ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

JUNIO 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis **“PRECIPITACIÓN INDUCIDA POR DEFORMACIÓN POR EL MÉTODO DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS EN UNA SUPERALEACIÓN BASE Ni-Cr-Co”** realizada por la Ing. Ana Isabel Macías García, con número de matrícula 1501121, sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis



Dra. Martha Patricia Guerrero Mata
Asesor

Dra. Adriana Salas Zamarripa
Co-Asesor

Dr. José María Cabrera
Revisor

Vo. Bo.
Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Junio 2016

DEDICATORIA

*Primeramente a Dios por guiarme
en el camino de la vida.*

*A mis padres por creer en mí,
y apoyarme incondicionalmente.*

*A mi hermana que siempre
está a mi lado.*

*y finalmente a mis abuelos
a quienes amo.*

AGRADECIMIENTOS

- A la Universidad Autónoma de Nuevo León, por haberme aceptado ser parte de ella, abierto las puertas para realizar mis estudios y brindarme la oportunidad de crecer profesionalmente.
- La Universidad Politécnica de Cataluña, al Centro Tecnológico de Manresa y Ghent University por brindarme la oportunidad, facilitarme las instalaciones y equipo de trabajo y apoyo necesario para realizar este proyecto.
- Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, por el apoyo económico durante la realización de mis estudios dentro y fuera del país.
- A la Dra. Martha Guerrero, por su confianza y apoyo, porque siempre estuvo alentándome a esforzarme y trabajar más. Por ayudarme a forjar mi carácter a lo largo de mis estudios.
- A la Dra. Adriana Salas y Familia, quienes incondicionalmente siempre me apoyaron en todo lo que les fuera posible, por recibirme como parte de su familia, por ayudarme y apoyarme, por su confianza y consejos por todas las alegrías y regaños, por su paciencia y cariño durante todo este proceso infinitas gracias.
- Al Dr. José María por haberme dado la oportunidad de recurrir a su conocimiento y experiencia científica, así también como por haber confiado en mí y mi trabajo.
- Al Dr. Roumen Petrov, quien me incluyo a su grupo de alumnos, por su paciencia y dedicación en mi trabajo, por sus consejos y ayuda durante mi estancia en Bélgica.

- A la Dra. Jessica Calvo, Dr. Vitaly Bliznuk, Ana Hernández, Elio Cartaya, Missael Solís, Felipe Castro por su tiempo y paciencia y colaboración en mi tesis.
- Al Dr. Octavio Covarrubias y Frisa Forjados S.A. de C.V. por haberme donado el material para la realización de esta tesis.
- A los docentes de la facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica por su interés en mis estudios y motivación durante mis estudios.
- A toda mi familia por sus bendiciones y ánimos, por todo su amor y comprensión a lo largo de mi vida, porque gracias a ellos estoy donde más quiero.
- A mis queridos amigos materialistas, por compartir conmigo tantos momentos, a mis amigos automotrices y aeronáuticos que me motivaban a seguir estudiando, a mis amigos del Laboratorio de posgrado y a mis amigos de Torreón quienes a pesar del tiempo y distancia se hacen presentes en mi vida.

A todos ellos, muchas gracias!

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN.....	
--------------	--

CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN	Pág.
1.1 Antecedentes.....	1
1.2 Hipótesis.....	2
1.3 Objetivos.....	2
1.4 Justificación.....	3

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO	Pág.
2.1 Superalcaciones.....	5
2.1.1 Historia de las superaleaciones	7
2.1.2 Clasificación de las superaleaciones.....	13
2.1.3 Efectos de elementos de aleación en las superaleaciones base Níquel.....	16
2.1.4 Fases presentes	18
2.1.5 Microtextura en las superaleaciones base níquel.....	21
2.1.6 Haynes 282.....	25
2.2 Cinética de precipitación.....	27
2.2.1 Nucleación.....	27
2.2.2 Crecimiento de grano	29
2.2.3 Recuperación y recristalización dinámica.....	30
2.2.4 Recuperación y recristalización estática.....	32
2.3 Diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT).....	33
2.3.1 Descripción.....	33
2.3.2 Importancia y técnicas de obtención.....	35
2.3.3 Relajación de esfuerzos y efectividad de la técnica.....	37

CAPÍTULO III: DESARROLLO EXPERIMENTAL	Pág.
3.1 Introducción.....	40
3.2 Diseño de Experimentos.....	40
3.3 Caracterización de material base.....	42
3.3.1 Análisis químico.....	42
3.3.2 Análisis metalográfico.....	42
3.3.3 Análisis térmico.....	43
3.4 Pruebas de relajación de esfuerzos.....	43
3.5 Preparación de muestras.....	47
3.6 Difracción de Rayos X.....	48
3.7 Caracterización microestructural por medio de microscopia.....	50
3.7.1 Microscopia óptica.....	55
3.7.2 Microscopia electrónica de barrido.....	51
3.7.3 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	52
3.7.4 Microscopia electrónica por transmisión.....	56
3.8 Microdureza Vickers.....	59

CAPÍTULO IV: RESULTADOS	Pág.
4.1 Introducción.....	61
4.2 Material base.....	61
4.2.1 Análisis metalográfico.....	63
4.2.2 Análisis térmico.....	64
4.3 Relajación de esfuerzos.....	66
4.4 Difracción de rayos X.....	68
4.5 Microscopia óptica.....	71
4.6 Microscopia electrónica de barrido.....	71
4.7 Difracción de electrones retrodispersados.....	74
4.8 Microscopia electrónica por transmisión.....	77
4.9 Microdureza Vickers.....	80

CAPÍTULO V: DISCUSIONES Pág.

5.1	Introducción.....	81
5.2	Método de relajación de esfuerzos.....	81
5.2.1	Reproducibilidad y repetitividad.....	85
5.2.2	Determinación de intervalos de precipitación.....	86
5.3	Diagrama precipitación-tiempo-temperatura (PTT).....	86
5.4	Análisis de orientación cristalográfica.....	87

CAPÍTULO VI: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES Pág.

6.1	Introducción.....	88
6.2	Conclusiones específicas.....	88
6.3	Conclusiones generales	88
6.4	Recomendaciones.....	89

CAPÍTULO VII: REFERENCIAS

Referencias.....	90
------------------	----

RESUMEN

Este tipo de aleaciones posee una estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés). Las velocidades de difusión para metales con dicha estructura son bajas, lo que produce estabilidad microestructural considerable a altas temperaturas.

La mayoría de las atribuciones que se le da a estas aleaciones es debido a la precipitación de la fase γ' ya que el átomo de Ni es muy denso y esto lo hace poco compresible, es decir, que la diferencia atómica al momento de precipitar esta fase será muy pequeña con respecto a la de la matriz, lo que dará lugar a una nucleación homogénea y una alta compatibilidad puesto que las dos se mantendrán coherentes entre ellas.

Además la estructura cristalina de Fe y Co a temperatura ambiente no es FCC. Tanto el Fe como el Co se someten a tratamientos térmicos de alta temperatura o adiciones de elementos para transformar su estructura. Por otro lado el Ni no presenta transformaciones de fase desde temperatura ambiente hasta su punto de fusión. Otra de las ventajas del Ni es su bajo costo, lo que lo hace accesible para su producción y conveniente para la industria aeroespacial y de generación de energía.

Las superaleaciones base Ni pueden llegar a clasificarse aún más por su mecanismo de endurecimiento. Por solución sólida, es decir, independientemente del contenido de Al, Ti o Nb. Asimismo presentan una característica de fácil soldabilidad.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes (Problemática)

Las superaleaciones fueron desarrolladas con la finalidad de obtener materiales con mejor resistencia a la corrosión y buen desempeño a temperaturas elevadas. Estas se clasifican principalmente en tres diferentes grupos dependiendo de su aleante principal, los cuales pueden ser hierro-níquel, cobalto o níquel. La selección de qué tipo de superaleación se debe utilizar para una aplicación específica, dependerá de las condiciones de trabajo con un énfasis en la temperatura de trabajo, desempeño mecánico, condiciones ambientales y costo. En los últimos años se ha incrementado el interés por desarrollar materiales capaces de soportar grandes cargas a altas temperaturas para su uso en la industria aeronáutica y de generación de energía, específicamente en componentes como anillos de turbinas, alabes, ejes y cámaras de combustión.

La determinación de las propiedades finales de un material está relacionada con el control de la microestructura (el tamaño de grano, las fases presentes, los precipitados secundarios, entre otras), así como también de la composición química. Existen diversos métodos para endurecer un material, entre los cuales los principales son trabajo en frío o trabajo en caliente, ya que con esto se promueve a una dispersión densa y fina de partículas a lo largo de la matriz, las cuales actúan como obstáculos para el movimiento de dislocaciones, favoreciendo así la resistencia mecánica.

En este proyecto se estudiará la aleación Haynes 282, una superaleación base Ni-Cr-Co, la cual fue desarrollada especialmente para la industria

aeronáutica y energética. Esta aleación se endurece por solución sólida aun así, existen fases presentes que favorecen aún más estas propiedades. Es importante mencionar que existe poca información sobre esta aleación por lo cual es de gran interés obtener información sobre el comportamiento que presenta bajo diferentes condiciones y poder llegar a predecir y controlar las propiedades, y así cumplir con los altos estándares de calidad que exige la industria aeronáutica.

Este trabajo se centra en la determinación de un diagrama precipitación-tiempo-temperatura (PTT por sus siglas en inglés) por medio de la técnica de relajación de esfuerzos y la identificación de fases presentes en cada condición estudiada. Esto por diferentes técnicas de caracterización, tales como, un análisis diferencial térmico, microscopía óptica, de barrido y transmisión, difracción de rayos X, difracción de electrones retrodispersados y microdureza Vickers.

1.2 Hipótesis

Es posible determinar el impacto de la temperatura y deformación en la cinética de precipitación en una superaleación base Ni-Cr-Co por medio de la técnica de relajación de esfuerzos.

1.3 Objetivos

El objetivo principal del presente proyecto fue construir el diagrama Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) de la superaleación Haynes 282, mediante la caracterización y cuantificación de cambios microestructurales durante un proceso termomecánico por la técnica de relajación de esfuerzos.

Los objetivos específicos a llevar a cabo durante este proyecto son:

- Identificar los fenómenos exotérmicos y endotérmicos de dicha aleación hasta 1,200°C, por medio de Análisis Diferencial Térmico (DTA por sus siglas en ingles).
- Someter al material a un trabajo termomecánico por medio de la técnica de relajación de tensiones a diferentes condiciones de temperatura, en un rango de 750°C a 1000°C, manteniendo la deformación constante.
- Identificar y comparar las fases presentes por medio de difracción de rayos X (XRD por sus siglas en ingles).
- Realizar un análisis cuantitativo de tamaño de grano y además identificar partículas de segunda fase y precipitados presentes por medio de la técnica de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en ingles)
- Observar mecanismos de deformación y conocer la orientación preferencial del material a través de la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD por sus siglas en ingles).
- Observar la morfología de la γ' en la superaleación H282 por medio de microscopía electrónica por transmisión (TEM por sus siglas en ingles).
- Relacionar microestructura con propiedades mecánicas con mediciones de microdureza vickers.

1.4 Justificación

En los últimos años las superaleaciones ha sido de suma importancia en la industria energética y aeronáutica, esto debido a su buena soldabilidad, fácil vaciado, conductividad térmica, estabilidad microestructural entre otras. Una de las características que más influyen en las propiedades del material es la cinética de precipitación, es decir, cómo afecta la temperatura, tiempo y deformación de los precipitados y fases presentes en el material.

El interés del presente trabajo es analizar una superaleación la cual se presenta como uno de los mejores candidatos para la fabricación de piezas en la industria aeronáutica. Obteniendo un buen control de las propiedades con respecto a los procesos termomecánicos previamente realizados es posible inducir la formación de fases, precipitados y microestructura que beneficiara las propiedades del material.

Se enfocará el desarrollo del presente trabajo en determinar y caracterizar dichos fenómenos presentes en la superaleación H282 la cual tiene como principales aleantes el Ni-Cr-Co-Mo.

CAPÍTULO II

MARCO TEORICO

2.1 Superalaciones

Una superaleación, también conocida como una aleación de alto rendimiento, es una aleación la cual posee excelentes propiedades entre las cuales se encuentran la habilidad de soportar grandes cargas a altas temperaturas, es decir, temperaturas cercanas a su punto de fusión. Además de poseer una gran resistencia a la degradación mecánica durante tiempos de exposición más largos, y tolerar condiciones ambientales adversas por su resistencia a la oxidación y corrosión. **(Reed, 2006)**

Existen 3 diferentes grupos de superaleaciones, las cuales se clasifican según su elemento base ya sea base Fe-Ni, base Co o base Ni, más adelante se explicaran más a detalle cada uno de los diferentes grupos. Estos grupos presentan características significativas para diferentes aplicaciones algunas de ellas son, turbinas de gas para aviones y para generadores de energía, reactores nucleares, plantas petroquímicas, estructuras de naves espaciales, incluso algunas aplicaciones médicas.

Una manera de aumentar la resistencia del material es en base a los elementos de aleación en solución sólida los cuales son responsables de fortalecer el metal solvente, esto debido a la diferencia de tamaño en la estructura atómica entre los diferentes elementos presentes. Pero más aún, existen otros factores que incrementan las propiedades de las superaleaciones, tales como la precipitación de carburos y la formación de fases secundarias, dichos fenómenos son de gran relevancia ya que la fuerza necesaria para deformar el material incrementara considerablemente.

Una de las principales ventajas de estos materiales es la capacidad que tienen para soportar altas temperaturas sin deteriorar sus propiedades mecánicas; característica importante para la fabricación de álabes de turbina en la sección caliente, ya que tanto la seguridad como el rendimiento del motor depende de dichas piezas. En la **(figura 2.1)** se muestra las diferentes temperaturas a las que se exponen los materiales dentro de una turbina de motor a reacción, además de la ubicación de dichos álabes.

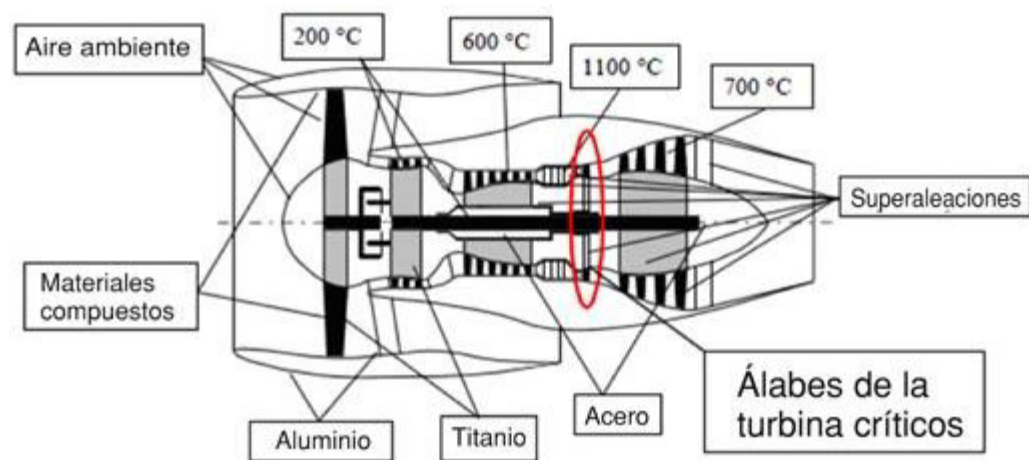


Figura 2.1 Representación gráfica de diversos materiales y temperaturas a lo largo de una turbina de motor a reacción. **(Arechaga, 2012)**

En los últimos 30 años la temperatura de entrada de turbina ha incrementado considerablemente acercándose a 1650°C en máxima potencia. Un indicador importante para medir la eficiencia de una turbina de gas, es la temperatura de entrada de la turbina (TET por sus siglas en inglés) puesto que al aumentar la capacidad de soportar alta temperatura en la primera etapa de la turbina, esta a su vez aumentara su rendimiento. Es por esto que hay un gran interés en el desarrollo tecnológico de estos materiales por parte de la industria aeroespacial y energética. En la **(figura 2.2)** se muestra la turbomaquinaria de un motor Trent 800 de Rolls-Royce que impulsa a la aeronave “Boeing 777”. **(Reed, 2006)**

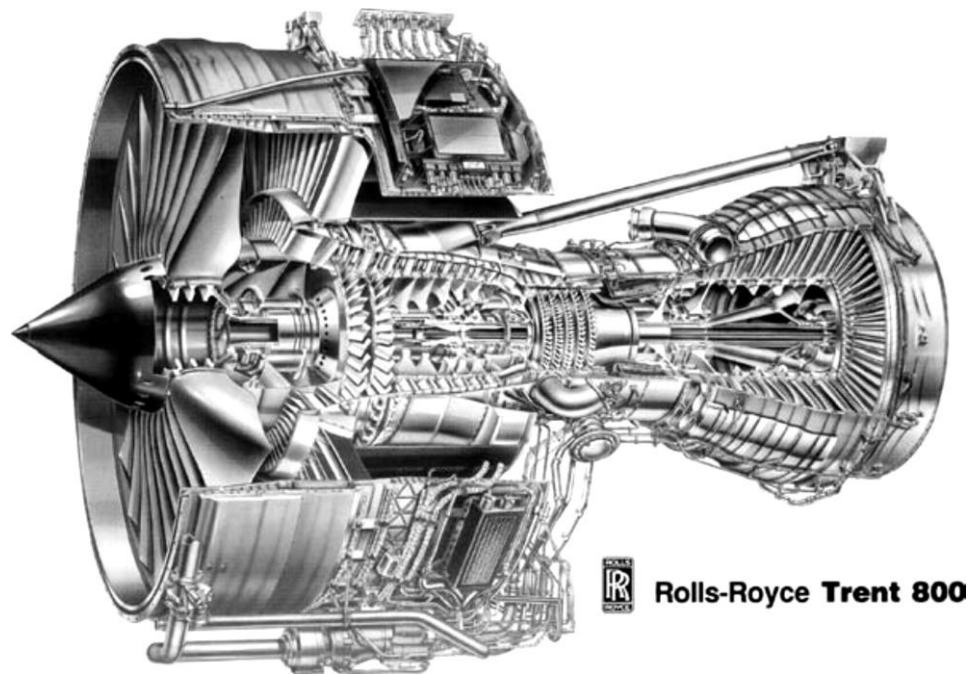


Figura 2.2 Impresión artística de la turbomaquinaria de un motor de Rolls-Royce Trent 800. **(Reed, 2006)**

2.1.1 Historia de las Superafecciones

A través de la historia los humanos han desarrollado diferentes tecnologías para tratar de satisfacer las necesidades a las que se enfrenta. El desarrollo de las superafecciones va relacionado con el avance tecnológico de las turbinas de gas para los aviones, la cual se remonta a 1791, cuando Juan Barbero sacó una patente sobre 'Un Método para el Aumento de Aire Inflamable con el Propósito de Producir Movimiento y Facilitar las Operaciones Metalúrgicas'. **(Razak, 2007)**

En el año de 1903, el Noruego, Aegidius Elling, construyó la primera turbina de gas. El buen rendimiento y desempeño de las turbinas de gas es de gran importancia para la industria de la aviación civil y militar, para la de generación de energía así como también para la obtención y producción de gas y petróleo.

Para el año de 1905 Estados Unidos comenzó a trabajar en turbo-super-cargadores los cuales eran impulsados por gases de combustión. Con el tiempo los avances tecnológicos se hacían notar y tres factores decisivos causaron cambios radicales, el primero estaba relacionado con la teoría aerodinámica la cual permitió a los diseñadores de Inglaterra, Alemania e Italia a darse cuenta que el arrastre turbulento estaba siendo desaprovechado hasta dos tercios de la potencia que es generada en la flecha del avión; el segundo implica el concepto de empuje el cual fue aplicado a los compresores axiales y turbinas, basado en la teoría de alabes de Prandtl; por último, el tercer factor se encontró que una fuerza supersónica en los extremos de las hélices no permitiría a un avión volar por encima de 640 kilómetros por hora. **(Chester T. Sims, 1987)**

En esta época el material bélico utilizado en su mayoría se conformaba de acero. La comunidad metalurgista respondió al aumento de estas necesidades haciendo lo que podía denominarse como “súper-aleaciones” de una gran variedad de aceros inoxidables. Aunque las patentes de Al y adiciones de Ti a las aleaciones de tipo Nichrome fueron emitidos en los años 1920, la industria de la superaleación surgió con la adición de Co a la aleación Vitallium (también conocida como Haynes Stellite). **(Donachie Matthew J, 2002)**

Poco tiempo después con la llegada de la Segunda Guerra Mundial la historia de las Superaleaciones fue una de las más impulsadas con la invención de nuevas composiciones de aleaciones y nuevos procesos. En el año de 1930 en Inglaterra, Estados Unidos y Alemania se crearon aleaciones base Fe-Ni y aleaciones base Co, las cuales eran endurecidas por la precipitación de carburos. Con el tiempo fue tomando fama el término de superaleación y durante la guerra fría se comenzaron a utilizar superaleaciones base Ti, esto debido a su alto punto de fusión. Estas aleaciones fueron herramienta base para el ascenso de la industria aeroespacial entre los Estados Unidos y la URSS.

Para la década de 1940, la fundición de las aleaciones base Co aumento considerablemente la temperatura de trabajo. En la década de 1950 se logró controlar las composiciones químicas de manera que disminuyeron los contaminantes, lo que provoco un incremento en las técnicas de procesamiento.

Ya en los 60s la industria de superaleaciones incremento considerablemente creando nuevas aleaciones y desarrollando diferentes procesos de obtención, principalmente por Estados Unidos e Inglaterra. Sin embargo, fue solo hasta finales de la década de los 70s que la química de una superaleación fue diseñada específicamente para la pala de una turbina, lo que los llevo a la invención de aleaciones con estructura de monocristales, como se muestra en la **(figura 2.3)** a la cual llamaron primera generación, utilizando la tecnología de solidificación direccional (DS por sus siglas en inglés) para la fabricación de aleaciones de granos columnares (CGDS por sus siglas en inglés). Dichas aleaciones mostraban una significativa mejora en la resistencia a la fluencia, por medio de un tratamiento térmico de solución solida a alta temperatura. Algunos ejemplos de estas aleaciones son: CMSX2, SRR99, AM1, AM3.

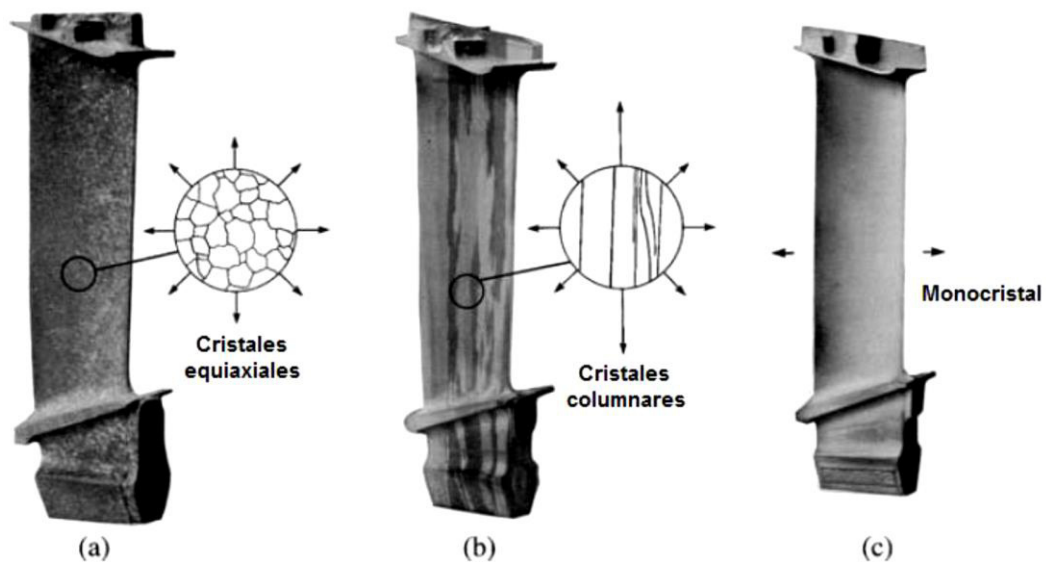
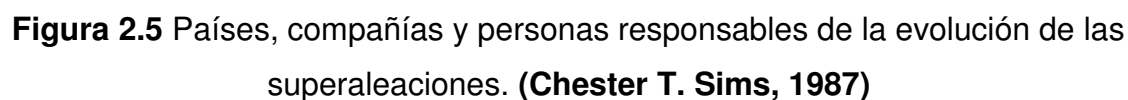
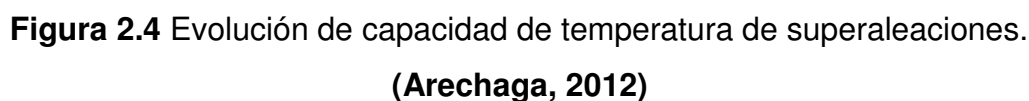


Figura 2.3 Alabe de turbina (a) cristales equiaxiales (b) cristales columnares (c) monocristal. **(Reed, 2006)**

Para inicios de los 80s, gracias a la sustitución del Mo y W por Re, se observó una reducción fundamental en la cinética de crecimiento de γ' lo cual provocaba un desacomodo microestructural entre la $\gamma - \gamma'$, lo que potencializaba su endurecimiento a comparación del efecto que se obtenía por medio de solución sólida. La adición del 3% en peso de Re a superaleaciones monocristales de Ni, dio lugar a una mejora en la capacidad de temperatura hasta de 30°C, dándose a conocer como la segunda generación. Sin embargo producía algunos inconvenientes al material: (1) aumento de la densidad; (2) predisposición a la formación de precipitados intermetálicos frágiles debido a su topología empaquetada (TCP por sus siglas en inglés); y (3) aumento en costo. Algunos ejemplos de estas aleaciones son PWA148a, Rene N5 y CMSX-4. La tercera generación contiene un alto nivel de Re, hasta el 6% en peso, además de Mo, W y Ta, que indujeron fuertes efectos de endurecimiento debido a su diferencia en radio atómico y como última innovación, se llegó a sustituir Re por Ru. **(Cantor, 2001)**

A largo de la historia la relación que tienen las superaleación con la resistencia mecánica va ligada con la temperatura de trabajo; en la siguiente **(figura 2.4)** puede observarse como el proceso de vaciado convencional fue perdiendo relevancia y el proceso de forjado aumento su producción. Sin embargo el proceso con mayor importancia hasta la actualidad es el proceso de fabricaciones de monocristales.

Con la llegada de esta nueva tecnología el progreso se hizo notable y los diseños cambiaron puesto que los materiales y sus propiedades superaban las expectativas, desde entonces estos avances siguen hasta el día de hoy superándose e incrementando las posibilidades a más y mejores tecnologías. En la **(figura 2.5)** se identifican las personas y compañías en diferentes regiones del mundo que tuvieron una participación imprescindible en la evolución de las superaleaciones desde 1940 hasta el año de 1980.



Las patentes de las superaleaciones están basadas en la composición química, característica fundamental en las especificaciones de ingeniería debido a la relación que tiene con las propiedades mecánicas del material, por lo que es de gran importancia controlar las adiciones de los elementos. En la **(figura 2.6)** se muestra una perspectiva de cómo ha ido cambiando los elementos de adición a través del tiempo. Se puede ver claramente como el uso del Fe y Ni fueron los primeros en la fabricación de dichos materiales. A partir de 1930 se observa como el Fe descendió y fue sustituido por el Ti y Al, dichos elementos son los encargados de la formación de fases secundarias, las cuales mejoran la resistencia mecánica.

Por otro lado, el Cr se sigue utilizando debido a la resistencia a la corrosión que ofrece dicho elemento, además el W, Nb, Ta y Re comenzaron a tomar lugar por su efecto en las propiedades mecánicas. Otros de los elementos que disminuyeron su uso fueron el Zr, B y C ya que su principal función era fortalecer los límites de grano, quedando atrás con la aparición de las piezas monocristalinas.

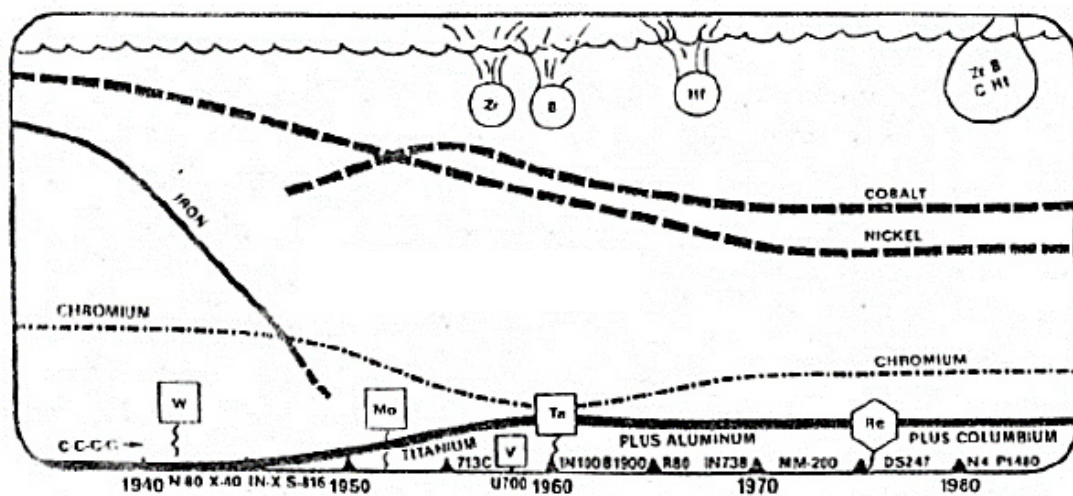


Figura 2.6 Tendencia de la adición de elementos químicos en las superaleaciones a través del tiempo. **(Chester T. Sims, 1987)**

2.1.2 Clasificaciones de las Superalaciones

Las aleaciones se encuentran principalmente clasificadas por su composición química, la cual se diferencia por el material base, ya sea base Fe-Ni, base Co o base Ni. Cada uno de estos grupos tiene diferentes características y propiedades las cuales se describen a continuación.

I. Superalaciones base Fe-Ni

El contenido de Fe en estas aleaciones varía desde un 18% hasta 55%, aunque es posible encontrar algunas con no menos de 10%. Estas aleaciones pueden clasificarse según su composición química en 4 subcategorías:

- Aleaciones ricas en Fe, las cuales presentan una matriz austenítica y un bajo contenido de Ni y Ti, esto con el fin de precipitar γ' favorable para la resistencia a alta temperatura.
- Aleaciones ricas en Ni, también presenta una matriz austenítica y su principal característica es la adición de Mo, Cr y W como endurecedores por solución sólida, más sin embargo, si es mayor su fracción volumétrica de dichos elementos actuaran como endurecedores por precipitación.
- Aleaciones ricas en Fe, Ni y Co, donde la ausencia de Cr afecta significativamente la resistencia a la corrosión. Son endurecidas por la precipitación de la fase γ'' , donde la fracción volumétrica es 4 veces mayor que la fase γ' . **(Slama C., 2000)**.
- Aleaciones base Fe-Ni con un alto contenido de C. Son endurecidas por solución sólida además de carburos y nitruros. La mayor ventaja de estas aleaciones es su gran resistencia a la oxidación.

II. Superalaciones base Co

Las superaleaciones de este tipo son endurecidas por solución sólida y carburos, ya que no presentan una precipitación ordenada y coherente a diferencia de las otras superaleaciones. En cuanto a la soldabilidad y resistencia a la termofluencia por lo general están por encima de las superaleaciones base Ni.

Además se ve beneficiada por la presencia del Cr, pues a este elemento se le atribuye la alta resistencia a la corrosión en temperaturas altas. Generalmente la temperatura de fusión en superaleaciones base Co es mucho mayor que las superaleaciones base Ni y Fe-Ni. **(Donachie Matthew J, 2002)**

III. Superalaciones base Ni

Este tipo de aleaciones posee una estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés). Las velocidades de difusión para metales con dicha estructura son bajas, lo que produce estabilidad microestructural considerable a altas temperaturas. **(Reed, 2006)**

La mayoría de las atribuciones que se le da a estas aleaciones es debido a la precipitación de la fase γ' ya que el átomo de Ni es muy denso y esto lo hace poco compresible, es decir, que la diferencia atómica al momento de precipitar esta fase será muy pequeña con respecto a la de la matriz, lo que dará lugar a una nucleación homogénea y una alta compatibilidad puesto que las dos se mantendrán coherentes entre ellas.

Además la estructura cristalina de Fe y Co a temperatura ambiente no es FCC. Tanto el Fe como el Co se someten a tratamientos térmicos de alta temperatura o adiciones de elementos para transformar su estructura. Por otro

lado el Ni no presenta transformaciones de fase desde temperatura ambiente hasta su punto de fusión. **(Donachie Matthew J, 2002)** Otra de las ventajas del Ni es su bajo costo, lo que lo hace accesible para su producción y conveniente para la industria aeroespacial y de generación de energía.

Las superaleaciones base Ni pueden llegar a clasificarse aún más por su mecanismo de endurecimiento:

- Por solución sólida, es decir, independientemente del contenido de Al, Ti o Nb. Asimismo presentan una característica de fácil soldabilidad.
- Por la adición de óxido de Itrio (Y_2O_3) en pequeñas cantidades, esto por medio de metalurgia de polvos.
- Por precipitación, probablemente las de mayor importancia. La precipitación de la fase γ' la cual está constituida de Ni_3Al o $Ni_3(Al, Ti)$, básicamente es la fase responsable de la resistencia a altas temperaturas. En base a la relación que existe entre el Ti/Al será la morfología de dicha fase ya sea esferoidal, globulares o cuboidales.

2.1.3 Efectos de los elementos de aleación en las superaleaciones base Ni

Es de suma importancia conocer la química de un material debido a que cada uno de los elementos presentes en la aleación define las fases presentes, la microestructura, la morfología, el tamaño, forma y distribución de precipitados; es decir, las características y propiedades del material.

Las superaleaciones contienen por lo general una gran cantidad de elementos tales como Co, Fe, Mo, Cr entre otras. Todos estos elementos producen un efecto en la aleación, los cuales no necesariamente son deseables,

es por esto que es muy importante llegar a conocer el efecto y más aún controlar la química del material. En la siguiente tabla (**tabla 2.1**) se muestran los efectos que tienen cada uno de los elementos que se encuentran presentes en las superaleaciones.

Efecto (a)	Base Fe-Ni	Base Co	Base Ni
Endurecedores por solución sólida	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Mo, W, Ta, Re
Estabilizadores de la matriz FCC	C, W, Ni	Ni	---
Formadores de carburos:			
MC	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
M ₇ C ₃	---	Cr	Cr
M ₂₃ C ₆	Cr	Cr	Cr, M, W
M ₆ C	Mo	Mo, W	Mo, W, Nb
Carbonitruros: M(CN)	C, N	C, N	C, N
Promueven la generación de carburos	P	---	---
Forman γ' Ni ₃ (Al, Ti)	Al, Ni, Ti	---	Al, Ti
Retardan la formación de η	Al, Zr	---	---
Aumenta la temperatura solubilización de γ'	---	---	Co
Precipitados endurecedores y/o intermetálicos	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti(b), W, Ta	Al, Ti, Nb
Resistencia a la oxidación	Cr	Al, Cr	Al, Cr, Y, La, Ce
Mejoran en la resistencia a la corrosión	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Resistencia a la sulfuración	Cr	Cr	Cr, Co, Si
Mejora la resistencia a la fluencia	B	---	B, Ta
Aumenta la resistencia a la ruptura	B	B, Zr,	B(c)
Refinadores de tamaño de grano	---	---	B, C, Zr, Hf
Facilita el trabajo	---	Ni ₃ Ti	---
Retarda el crecimiento de γ'	---	---	Re

(a) No todos estos efectos ocurren en una aleación determinada. (b) Endurecimiento por precipitación de Ni₃Ti también ocurre si hay suficiente Ni. (c) Si se presenta en grandes cantidades se forman boruros

Tabla 2.1 Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones.

(Donachie Matthew J, 2002).

A temperaturas no mayores de 870°C la oxidación no presenta gran problema, pues el contenido de Cr forma una capa de Cr₂O₃, mientras que a temperaturas mayores de 980°C el Al es necesario para formar una capa protectora de Al₂O₃, esto para proteger a las superaleaciones de la oxidación. Cuanto mayor sea la concentración de Cr, se requerirá menor concentración de Al.

Específicamente hablando de la composición química de la superaleación Haynes 282, la cual contiene además de su base Ni, la presencia de Cr de 19 a 20% en peso, el cual ayuda para la resistencia a la oxidación y a la corrosión del material. El Co es utilizado para controlar la fase γ' que debido a su alto costo se utiliza el mínimo necesario dentro del rango utilizado en las superaleaciones base Ni. Además uno de los elementos más importantes es el Mo, esto debido a su tamaño y su fácil movilidad atómica, puesto que tanto en superaleaciones que endurecen por solubilidad como superaleaciones endurecidas por medio de forja, dicho elemento incrementa la resistencia a la fatiga mientras se encuentre alrededor del 8.5% en peso atómico (peso nominal en Haynes 282). El Al y Ti son utilizados para crear la fase γ' de lo cual se hablara más adelante. **[pike development]**

Los elementos se pueden llegar a clasificar en base a su tamaño atómico, importante para algunas de las propiedades en materiales, por ejemplo, los que ayudan a endurecer el material por solución sólida son Cr, Fe, Co, Mo, Nb, Re, W, V, Ti y Al o bien por precipitación de carburos, esto debido a su tamaño atómico muy parecido al Ni. **[Matysiak]**.

A diferencia del B, C y Zr los cuales tienen tamaños atómicos muy diferentes, dichos elementos tienden a segregarse en los límites de grano y en la fase γ . El Zr es un elemento que se utiliza específicamente para reforzar el límite de grano en algunas de las aleaciones **[sims superalloy II]** aun así Haynes 282 no presenta este elemento debido a que causa problemas de agrietamiento durante la soldadura. **[pike development]**

2.1.4 Fases presentes

A continuación se describen las diferentes fases que se pueden llegar a encontrar en una superaleación:

Fase Gamma (γ): Matriz austenítica la cual presenta una estructura cristalina FCC que contiene altos porcentajes de Co, Cr, Mo Ru y Re; mientras que el contenido de C, por lo general es menor de 0.1% en peso. Dichos elementos son necesarios para dividir la matriz γ austenítica y de ese modo estabilizarla.

Fase Gamma prima (γ'): Presenta una estructura cristalina $L1_2$ ordenada de estructura FCC estable y está constituido por $Ni_3(Al, Ti)$ la cual precipita de manera coherente con la matriz γ austenítica. En la siguiente (**figura 2.7**) se muestra la estructura cristalina de la fase γ comparada con la fase γ' la cual contiene por cada átomo de Ni, cuatro de Al y ocho átomos de Ni como vecinos cercanos, por lo que cada átomo de Al está coordinado por doce átomos de Ni. **[Reed]** Dependiendo del contenido de Al y Ti dicha fase puede llegar a precipitar como partículas esferoidales o cuboidales y su tamaño varía según la temperatura y tiempo de exposición. Esta fase en particular es la responsable de dar mayor resistencia mecánica y a la termofluencia. **[Reed][rozman][sims][Donachie][pike][semiatin]**

Debido a la morfología, fracción volumétrica, distribución y tamaño de γ' las superaleaciones base Ni mejoran la resistencia a la ruptura. Es por esto que es de gran importancia llegar a controlar la precipitación de la fase γ' .

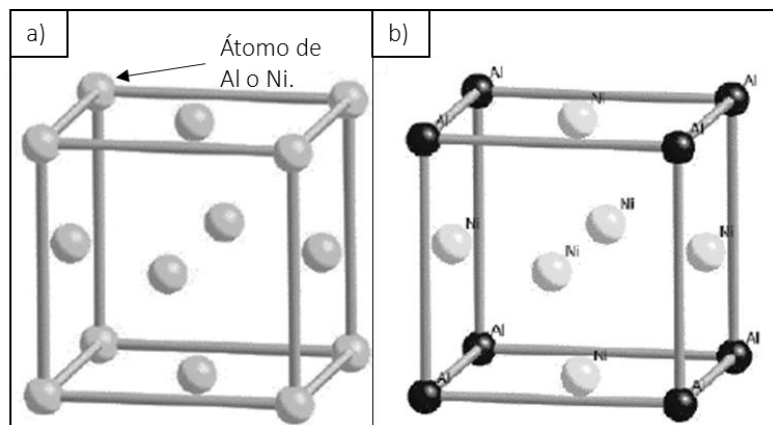


Figura 2.7 Estructura cristalina a) fase gamma (γ) b) fase gamma prima (γ').

Fase Miu (μ): Su estructura cristalina es romboédrica y está compuesta por $(\text{Mo}, \text{W})_6\text{Co}_7$ [sims][reed]. La baja cantidad de elementos refractarios pueden inducir a la pérdida de endurecimiento por solución sólida. [rozman] estos tipos de precipitados se componen por arreglos de capas de átomos los cuales están empaquetados de manera muy compacta y paralela a los planos $\{111\}$ de la matriz γ . Su morfología puede llegar a ser como placas o agujas comúnmente en los límites de grano o bien en los bordes de los carburos. [pareda]

Fase Sigma (σ): presenta una estructura cristalina tetragonal centrada en el cuerpo (BCT por sus siglas en inglés) la cual está compuesta por $(\text{Cr}, \text{Mo})_2(\text{Ni}, \text{Co})$. [sims][reed] En grandes cantidades esta fase puede llegar a degradar las propiedades del material en particular la resistencia a la ruptura por fluencia por su morfología tipo placa, la cual tiende a depositarse en los límites de grano, debilitando así al material.

Carburos: Una de las principales maneras de endurecer a las superaleaciones es por medio de la precipitación de carburos, los cuales tienden a precipitar a lo largo del límite de grano y de esta manera reforzarlos y controlar el tamaño de grano. [reed] Existen tres tipos de carburos más comunes en las superaleaciones base Ni; los MC, los M_6C y/o los M_{23}C_6 .

Los carburos MC constituidos de $(\text{Ti}, \text{Mo})\text{C}$ presentan una estructura cristalina FCC, con una morfología globular o incluso irregular y pueden precipitar intragranular o intergranularmente causando un endurecimiento en el material. Este tipo de carburos es de los más importantes puesto que de él se derivan los otros dos compuestos más estables, se muestra en la siguiente ecuación: [reed]



Los carburos $M_{23}C_6$ con una estructura FCC, precipitan principalmente en los límites de maclas, fallas de apilamiento y límites de la matriz γ con una morfología laminar o globular. Por lo general se presentan en aleaciones con alto contenido de Cr, W o bien Mo formando un compuesto de $Cr_{21}(Mo, W)_2C_6$ a temperaturas bajas, debajo de 750°C. **[reed] [rozman]**

Los carburos M_6C son carburos mucho más estables que los $M_{23}C_6$, por lo que es de mayor importancia inducir su precipitación, su fórmula típica es $(Ni, Co)_3Mo_3C$ y/o $(Ni, Co)_2W_4C$, debido al alto contenido de Mo y W. Su morfología es acicular también conocida como Widmanstätten. En general los carburos y la fase γ' llega a disminuir el deslizamiento de los límites de grano además con una concentración aproximada de 0.03%B y 0.025%C se crea una delgada capa que cubre a la matriz gamma γ convirtiéndose en una región relativamente dúctil y resistente a la termofluencia. **[semiatin][reed][rozman]**

Otras de las fases presentes en las superaleaciones son la gamma doble prima (γ'') con estructura $D0_{22}$, la delta (δ) con estructura ortorrómbica, la epsilon (ϵ) con estructura hexagonal compacta (HCP por sus siglas en inglés) ordenada tipo $D0_{19}$ y la eta (η) con estructura HCP tipo $D0_{24}$, además de boruros. **[rozman]**

2.1.5 Microtextura en las superaleaciones base Ni

La orientación cristalográfica se refiere a la dirección de los planos atómicos de un volumen de un cristal con respecto a un sistema de referencia. Por lo general los materiales policristalinos muestran un patrón en las orientaciones que son propensas a parecer durante algún proceso termomecánico, dicha tendencia se le conoce como orientación preferencial o bien textura del material. **[engler]**

Es importante llegar a conocer la orientación preferencial puesto que está relacionada a diferentes propiedades del material y así poder llegar a controlar o

propiciar alguna textura específica y mejorar las propiedades o características deseadas según sea la aplicación del material. Algunas de las propiedades que están relacionadas a la textura preferencial de los materiales policristalinos son:

- Módulo de Young
- Radio de Poisson
- Ductilidad
- Resistencia
- Permeabilidad magnética
- Conductividad eléctrica
- Expansión térmica

Para definir una orientación cristalográfica es necesario establecer el sistema de referencia para la muestra y otro para el cristal. En la siguiente (**figura 2.8**) se muestra el sistema coordenado del cristal así como también las direcciones asociadas a la dirección a la cual se aplicó la deformación conocida como RD, la dirección normal ND y la dirección transversal TD a la fuerza aplicada.

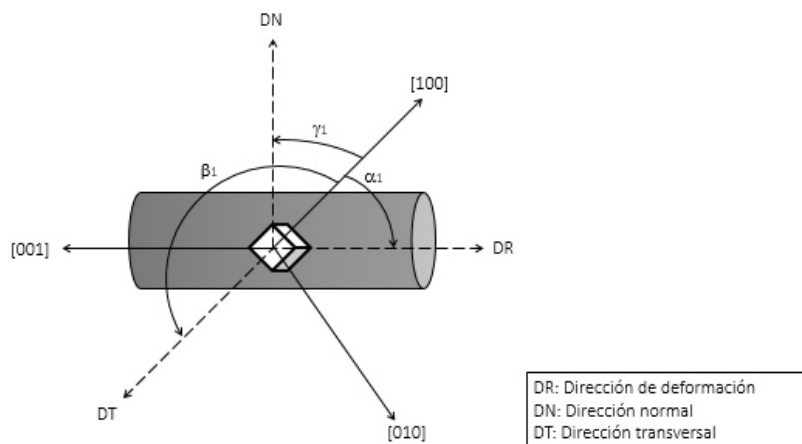


Figura 2.8 Relación del sistema coordenado del cristal 100, 010, 001. El sistema coordenado de la muestra RD, TD, ND además de los cosenos de los ángulos α_1 , β_1 , γ_1 .

A continuación se enlistan los métodos más utilizados para representar la orientación cristalográfica de un material:

- **Índices de Miller**
- **Figura de polo**
- **Figura inversa de polo**
- **Función de distribución de orientación**

En el presente trabajo se utilizaron solo los métodos de figura inversa de polos (IPF por sus siglas en inglés) y función de distribución de orientación (ODF por sus siglas en inglés). La primera utiliza un sistema coordenado de la muestra la cual se proyecta en el sistema coordenado de un cristal y la orientación se define por medio de ejes del sistema coordenado. La figura inversa de polo es muy común encontrarla para especímenes simétricos que hayan sido sometidos a tensión o compresión. Para su representación se utiliza la unidad triangular (figura 2.9)

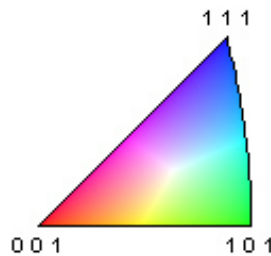


Figura 2.9 Triángulo unidad de la figura inversa de polos.

Por otra parte el análisis por medio de ODF es una representación en espacio tridimensional también conocido como espacio Euler, el cual define cada rotación con un ángulo determinado (Φ , θ , Ψ) aplicados a $[100]$, $[010]$ y $[001]$ para hacerlo coincidir con (RD, TN, ND) de la muestra para un solo grano. [bhadeshia]

En la siguiente tabla se enlistan las fibras características de metales y aleaciones FCC (**tabla 2.2**) además en la (**tabla 2.3**) se indican los índices de Miller y los ángulos de Euler más importantes para para metales y aleaciones FCC.

Tabla 2.2 Fibras características de metales y aleaciones FCC. [engler]

Fibra	Eje de fibra	Angulo de Euler
α	$\langle 011 \rangle // ND$	$0^\circ, 45^\circ, 0^\circ - 90^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
γ	$\langle 111 \rangle // ND$	$60^\circ, 54.7^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
τ	$\langle 011 \rangle // TD$	$90^\circ, 0^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
β	^a	$90^\circ, 35^\circ, 45^\circ - 35^\circ, 45^\circ, 90^\circ$
^a Define la máxima intensidad a pesar de la posición cristalográfica exacta.		

Tabla 2.3 Índices de Miller y los ángulos de Euler más importantes para para metales y aleaciones FCC. [engler]

Nombre	Índices de Miller $\{hkl\} \langle uvw \rangle$	Ángulos de Euler
Cubo	$\{001\} \langle 100 \rangle$	$0^\circ 0^\circ 0^\circ / 90^\circ$
Cubo RD	$\{013\} \langle 100 \rangle$	$0^\circ 22^\circ 0^\circ / 90^\circ$
Cubo ND	$\{001\} \langle 310 \rangle$	$22^\circ 0^\circ 0^\circ / 90^\circ$
Cubo-macla (primera generación)	$\{122\} \langle 212 \rangle$	$27^\circ 48' 27''$ o $63^\circ 48' 63''$
Goss	$\{011\} \langle 100 \rangle$	$0^\circ 45^\circ 0^\circ / 90^\circ$
BR	$\{236\} \langle 385 \rangle$	$80^\circ 31' 35''$
U (transición)	$\{258\} \langle 121 \rangle$	$45^\circ 35' 20''$
R	$\{124\} \langle 211 \rangle$	$53^\circ 36' 60''$
P	$\{011\} \langle 122 \rangle$	$65^\circ 45' 0^\circ / 90^\circ$
Q	$\{013\} \langle 231 \rangle$	$45^\circ 15' 0^\circ$

Anteriormente se han hecho investigaciones a superaleaciones base Ni, en donde algunas de ellas describen fenómenos como la deformación, recristalización, identificación de fases y de algunos de los carburos presentes así como también orientación preferencial inducida por deformación todo esto por medio de la técnica de EBSD. [wilkinson][mitsche][oxford15 y 16]

2.1.6 Haynes 282

La superaleación Haynes 282 fue desarrollada como una aleación candidato para aplicaciones a alta temperatura, específicamente para motores de turbina de gas. Dicha aleación la cual es endurecida por la fase γ' también se consideró para los componentes estructurales aeroespaciales, en la industria automotriz y en turbinas de vapor. En la siguiente tabla se enlista las propiedades del material tanto su densidad como su temperatura de fusión y temperatura de solubilizado de la fase gama prima. [pike][haynes.int][klarstrom][boehlert][ghoneim]

TABLA 2.4 Propiedades de la superaleaciones Haynes 282 [haynes int.]

Propiedades de la superaleación Haynes 282	
Densidad (solubilizada)	8.27g/cm ³
Densidad (envejecido)	8.29g/cm ³
Rango de temperatura de fusión	1300°C – 1375°C
Temperatura de solubilizado de fase gama prima γ'	997°C
Envejecido: 1010°C/2h/AC + 788°C/8h/AC	

Se encontró que al obtener una cantidad equilibrada de la fase γ' se puede llegar a producir una aleación que sea fácil de soldar y forjar y además que mantenga una excelente resistencia a la fluencia. En cambio sí se sobrepasa la cantidad de dicha fase podrían existir dificultades para su fabricación debido al agrietamiento por deformación. [pike][haynes.int][klarstrom]

El nivel de cantidad de la fase γ' en Haynes 282 se optimizó para así lograr un mejor equilibrio de resistencia y facilidad de fabricación. Haciendo una comparación con las aleaciones R-41, Waspaloy y Haynes 263 se encontró que Haynes 282 presenta mejores propiedades en cuanto a resistencia a la fluencia y propiedades mecánicas aun y cuando su contenido de la fase γ' es mucho mayor en otras aleaciones. [pike][haynes.int]

En la siguiente (figura 2.10) se observa la cantidad volumétrica del contenido de las diferentes fases presentes en el material conforme varía la temperatura. Este trabajo fue desarrollado por Mike Santella y colaboradores, presentado en el 2010. En donde atribuyen la formación de la fase μ y σ al contenido de Mo puesto que al comparar la aleación con un 740, la cual no presenta estas fases se puede apreciar una gran diferencia en la cantidad de Mo. [santella]

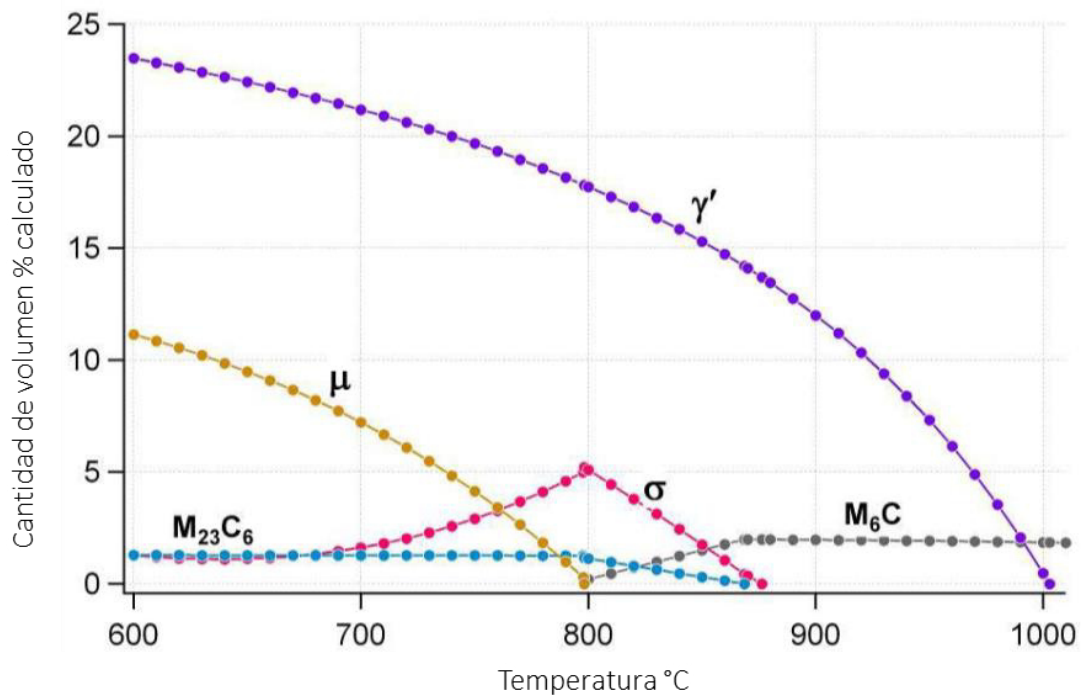


Figura 2.10 Volumen porcentual de fases presentes en la superaleación Haynes 282 contra temperatura. [santella]

La aleación Haynes 282 representa una aleación que tiene capacidad de resistir alta temperatura más allá de la superaleación 740, la cual fue previamente reconocida por tener mayor resistencia. Además de su resistencia a la fluencia, resistencia a la fatiga, resistencia a la oxidación y excelentes características de fabricación hacen al Haynes 282 muy atractivo. [klarstrom]

2.2 Cinética de precipitación

Una fase o precipitado tiene diferentes características físicas o químicas y/o una estructura cristalina diferente a la de la matriz. La mayoría de las transformaciones de fase no se producen de manera instantánea. Por lo general comienzan por la formación de numerosas partículas pequeñas hasta que aumentan de tamaño. [callister] Esta transformación llega a completarse hasta que la fracción volumétrica se encuentra en equilibrio.

La rapidez a la cual se da la transformación depende del crecimiento y nucleación, fenómenos que se describen a continuación para esto es necesario cierta velocidad de calentamiento y concentración química.

2.2.1 Nucleación

La nucleación ocurre cuando se forma una pequeña porción sólida dentro de un líquido. Esto debido a que la energía necesaria para la estructura cristalina en sólido es mucho menor que la energía del líquido. Este cambio de energías es la energía libre del volumen ΔG_v ; conforme aumenta de tamaño el sólido, ΔG_v se incrementa. Cuando esto ocurre existe una fase que divide el sólido y el líquido, se le conoce como interfase, la cual se relaciona con la energía libre de superficie σ , y de igual manera incrementa conforme aumenta el sólido. Entonces el cambio total de energía ΔG conocida también como energía libre de Gibbs. Se puede observar en la siguiente ecuación: [askeland]

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v + 4\pi r^2 \sigma, \quad \text{Ec. (2.2)}$$

Donde el primer término es el volumen del embrión esférico y el segundo término es el área de la superficie del mismo, y ΔG_v es el cambio de energía libre del volumen, el cual es negativo.

En la siguiente **(figura 2.11a)** se muestra la energía libre de volumen y de superficie con respecto al radio de la partícula en proceso de solidificación, en donde claramente se observa como la energía libre del volumen es negativa y disminuye conforme aumenta de tamaño el embrión. También en la **(figura 2.11b)** se observa la suma de ambos términos la cual va aumentando hasta llegar a su máximo y finalmente disminuye, esto quiere decir que al formarse una partícula sólida por varios átomos, la energía libre aumenta hasta alcanzar un tamaño de radio crítico, entonces el crecimiento continua pero la energía libre disminuye. Por otro lado los embriones que no alcancen el radio crítico se encogerán y se disolverán.

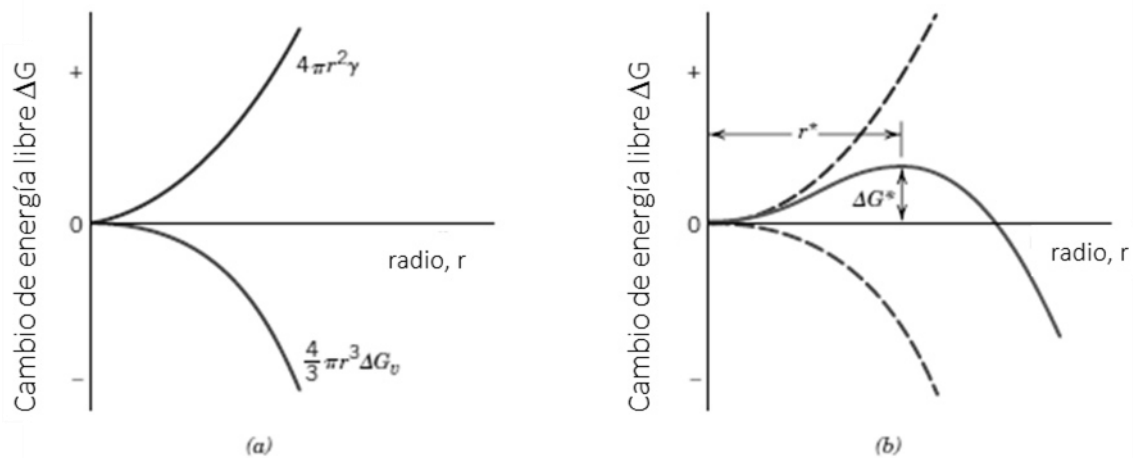


Figura 2.11 a) Curvas esquemáticas del cambio de energía libre de volumen del embrión y de área de superficie durante la solidificación en relación al cambio de energía libre b) grafico esquemático de la energía libre con respecto al radio del embrión en donde muestra la energía mínima necesaria y el radio mínimo para la nucleación. [callister]

La nucleación se puede presentar de dos maneras ya sea nucleación homogénea, la cual ocurre cuando el subenfriamiento es suficiente como para llegar a formar un núcleo estable y la nucleación heterogénea la cual se da debido a las impurezas que actúan como superficie donde se incita a la nucleación y se necesita menos subenfriamiento, es por esto que se da con mayor facilidad.

2.2.2 Crecimiento de grano

El crecimiento de grano se refiere al movimiento del límite de grano de tal manera que unos granos aumentan su tamaño a diferencia de otros que desaparecen. Dicho crecimiento puede ser normal o anormal, este último es caracterizado por el crecimiento de solo algunos granos, obteniendo así un mayor diámetro a comparación de los granos a su alrededor. Este fenómeno también se conoce como crecimiento discontinuo o recristalización secundaria. **[porter]**

Los límites de grano pueden servir para fortalecer o debilitar un material, esto depende de la temperatura, la velocidad de deformación y la pureza del material. A temperaturas por debajo de la de fusión y una velocidad de deformación relativamente rápida, los límites de grano aumentan la resistencia. A altas temperaturas y velocidades lentas de deformación (condiciones de fluencia) la deformación se centra en los límites de grano ocasionando deslizamiento y migración del límite de grano y finalmente la fractura inducida por esfuerzo. **(Figura 2.12) [diter]**

Un material con muchos granos contiene mayor densidad de límite de grano, esto representa un área de alta energía por el acomodo de los átomos. Una manera de disminuir la energía es incrementando el diámetro de los granos. **[callister]**

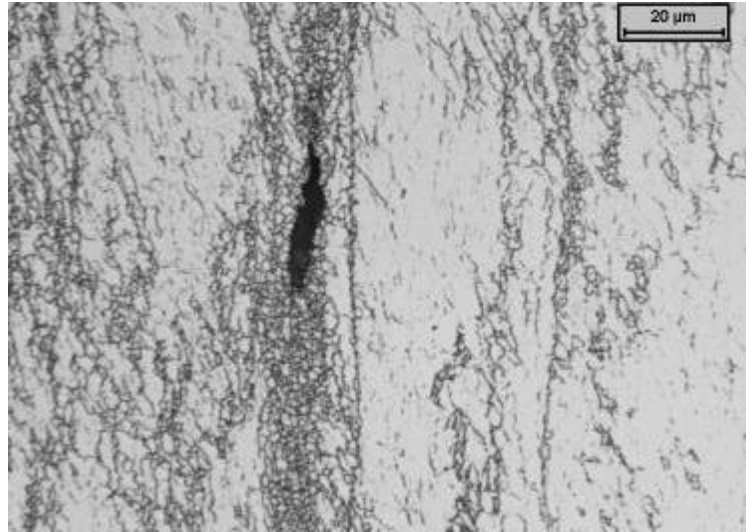


Figura 2.12 Micrografía de una probeta de superaleación base Ni ensayada a 900°C. Se observan grietas asociadas a la zona de grano recrystalizado. [san-sebastian]

Para llegar a controlar es necesario calentar el material a altas temperaturas y también depende de la energía de activación, la cual entre menor sea, será más fácil la movilidad de los límites de grano. Otra manera de controlar el tamaño de grano es fomentando la formación de partículas que anclan el límite e impiden su movimiento, en este caso el material tiene una muy baja cantidad de B el cual aunado al Ti actúan como obstáculos en los bordes de grano. [askeland]

2.2.3 Recuperación y recrystalización dinámica

La recuperación dinámica implica disminuir la energía acumulada eliminando los esfuerzos residuales por medio del reacomodo de límite de grano de baja energía, lo que provocaría la eliminación de un gran número de dislocaciones. En la siguiente (**figura 2.13**) se puede observar las etapas del proceso de recuperación dinámica de principio a fin.

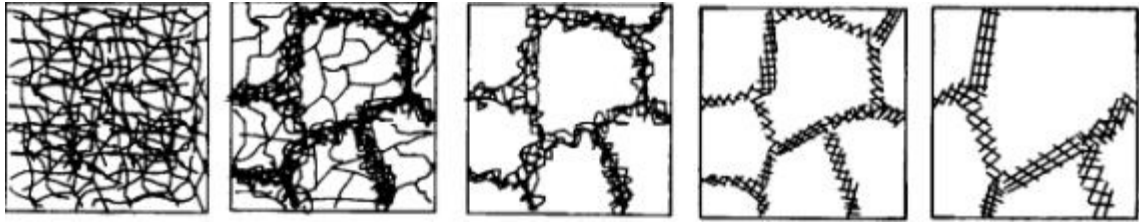


Figura 2.13 Etapas del proceso de recuperación 1) la generación de dislocaciones, 2) eliminación de dislocaciones debido a la formación de nuevas celdas, 3) formación de subgranos, 4) crecimiento de granos. **[navarro]**

La recristalización dinámica se da lugar gracias a la nucleación y el crecimiento de nuevos granos equiaxiales, es decir, dimensiones aproximadamente iguales en todas las direcciones. Prácticamente es a consecuencia de la heterogeneidad de deformación en la microestructura. Para su inicio se necesita tiempo de incubación y aumenta conforme pasa el tiempo.

La temperatura de recristalización es específica de cada aleación, típicamente es entre un tercio y la mitad de la temperatura de fusión absoluta de un metal o aleación. El aumento de trabajo en frío aumenta la velocidad de recristalización, reduciendo así la temperatura.

Existen seis variables que influyen en la recristalización. 1) la cantidad de deformación aplicada, 2) temperatura, 3) tiempo, 4) tamaño de grano inicial, 5) composición química, y 6) cantidad de recuperación. Otros factores que también influyen es la cantidad de trabajo previo al material así como la pureza del material.

Las zonas más comunes para la nucleación de nuevos granos son los límites de grano debido a que separan regiones con diferente orientación. Otros lugares son las bandas de deformación por su bajo ángulo de orientación e inestabilidad durante el proceso de deformación.

2.2.3 Recuperación y recristalización estática

La recuperación estática y recristalización estática depende de la energía almacenada a causa de la deformación, la velocidad de calentamiento a la que se somete el material, la temperatura del tratamiento térmico y la movilidad de los límites de grano. El objetivo principal de la recristalización y recuperación es el de ablandar y restaurar la ductilidad del material, también para obtener el tamaño de grano deseado y así poder controlar las propiedades del material.

Los procesos de recristalización estática dependen del nivel de deformación, el cual por lo general es mucho menor que el requerido por la recristalización dinámica, es por esto que el proceso de recristalización inicia con valores de deformación muy bajos. A bajas temperaturas y velocidades altas de deformación ocurre la recuperación dinámica. Mientras que a temperaturas elevadas y baja velocidad de deformación se obtiene un material totalmente recristalizado. El tamaño de grano aumenta conforme aumenta la temperatura. Esto se puede ver en la siguiente **(figura 2.14)** con una escala de tiempo logarítmica. [yuan]

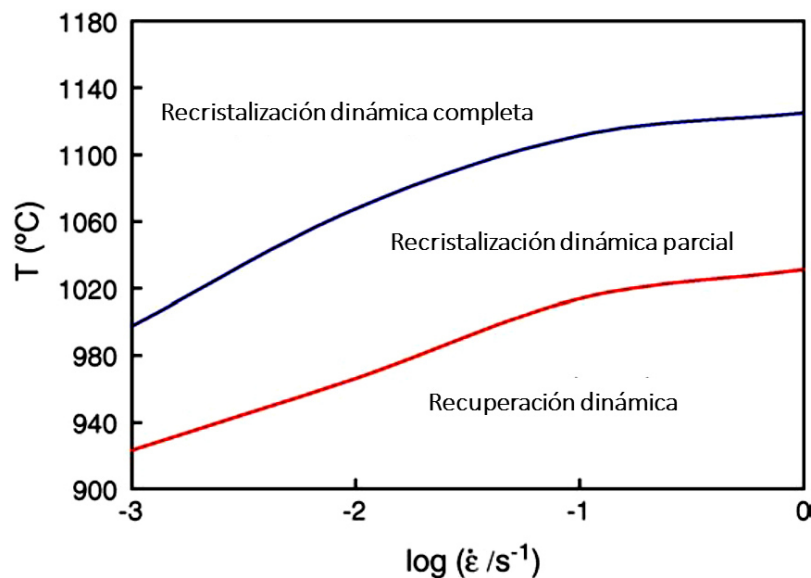


Figura 2.14 Mapa de la distribución microestructural de un inconel 718 el cual fue sometido a una deformación de 0.76.

La fuerza motriz para el crecimiento de grano reduce la energía almacenada por el material, dicha energía se almacena en los límites de grano. Los nuevos granos generados tendrán una orientación relacionada con la nucleación, lo cual afectara la textura final del material. **[u martin]** Todo esto afecta la resistencia del material pero beneficia su ductilidad. Incluso después de la recuperación los granos mantienen una alta energía debido a la deformación. **[dieter]** **[callister]**

2.3 Diagrama PTT

El diagrama PTT o bien TTT es también conocido como diagrama de transformación isotérmica (IT por sus siglas en inglés) o “curva C”. Este diagrama relaciona porcentaje de transformación o precipitación en función de la temperatura (eje vertical) y del tiempo (eje horizontal en escala logarítmica), lo cual permite predecir la estructura cristalina, propiedades mecánicas y el tratamiento térmico requerido en los metales para obtener ciertas propiedades. **[porter]**

2.3.1 Descripción

A una temperatura específica una curva sigmoidea representa la velocidad a la cual la austenita se transforma o comienza una precipitación. En la siguiente **(figura 2.15)** se muestra un diagrama TTT de un acero de composición eutectoide, en donde se observa el inicio de precipitación representado por (P_s), además señala el tiempo en el cual se completa la transformación (P_f). También se puede apreciar que cuando la temperatura disminuye de 727°C , (temperatura eutectoide) se incrementa la velocidad de la nucleación y se reduce la rapidez del crecimiento, así también, se puede distinguir con facilidad un máximo de velocidad de transformación (velocidad critica) el cual corresponde al tiempo mínimo necesario para llevarse a cabo la transformación la cual está cerca de los 550°C en el caso del acero eutectoide. **[askeland]** La forma de la nariz depende mucho de dos procesos, el aumento en la fuerza motriz para la cristalización y la

disminución de la movilidad atómica conforme aumenta el subenfriamiento.
[porter]

El diagrama se puede dividir en cuatro zonas:

- A la izquierda de las curvas donde aún no comienza la transformación o precipitación.
- La comprendida entre las dos curvas donde se está llevando a cabo la transformación o precipitación.
- Al derecho de las curvas donde el material ya se encuentra completamente transformado o precipitado.
- Por último la zona debajo de M_s la evolución no depende del tiempo, sino solo depende de la temperatura.

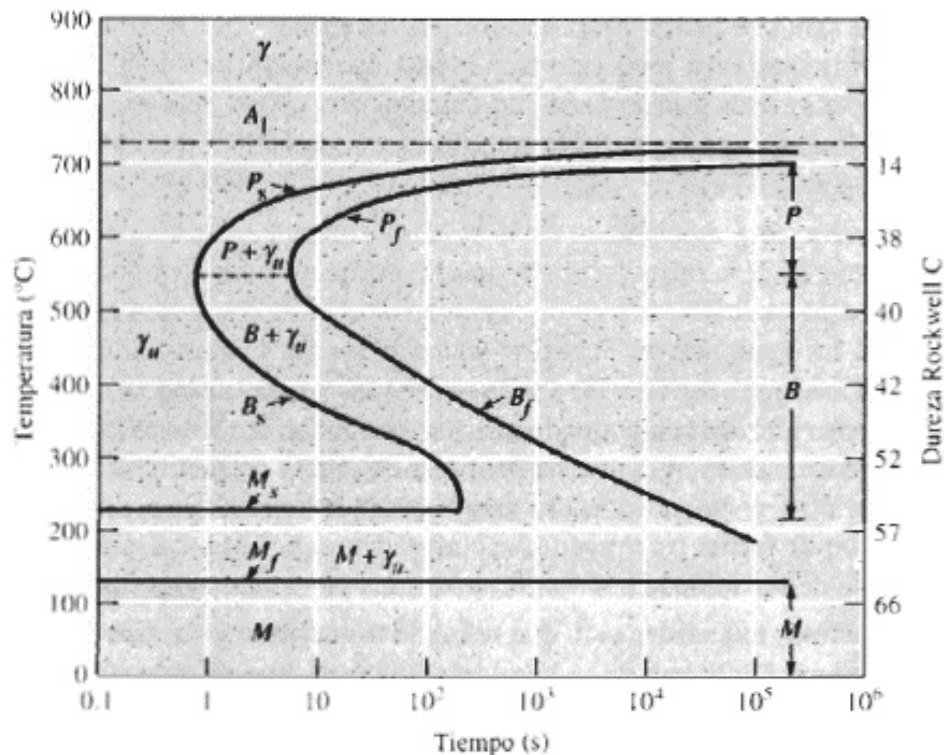


Figura 2.15 Diagrama transformación-tiempo-temperatura (TTT) para un acero de composición eutectoide. [askeland]

Una de las ventajas del diagrama de PTT contra un diagrama de fase es que para cierta composición se puede obtener el porcentaje de cierta fase descrita en temperatura y tiempo. Es por esto que es de gran ayuda para seleccionar las óptimas condiciones a las cuales se debe trabajar el material para obtener propiedades deseadas, ya que con el diagrama puedes llegar a obtener la cantidad de transformación a una temperatura constante.

2.3.2 Importancia y técnicas de obtención

El trabajo en caliente es un procedimiento mayormente utilizado en materiales con relativamente baja plasticidad, por lo tanto es ampliamente utilizado en superaleaciones. Para la formación a una alta temperatura implica grandes deformaciones lo que produce cambios microestructurales significativos.

El tamaño de grano depende mucho de los mecanismos de endurecimiento, la recuperación y recristalización dinámica y estática; los cuales a su vez dependen de la microestructura inicial, composición química y condiciones del conformado (temperatura, velocidad de deformación etc.)

[monajati]

Algunas aleaciones presentan precipitación de segunda fase, para las cuales es importante detectar las condiciones en las que se presentan, es decir, las condiciones a las cuales se produce la precipitación dinámica. **[a thomas]**

La precipitación de la fase gamma prima es de gran interés debido a que mejora las propiedades del material. Aun así la deformación puede llegar a afectar el proceso de precipitación, reduciendo el tiempo de incubación e incrementando la nucleación lo que se conoce como precipitación inducida por deformación. **[monajati h.]**

Cuando se inicia la precipitación, la recristalización se desvía de la ecuación de Avrami, por lo tanto es posible identificar el momento al cual inicia y termina la precipitación. De esta manera es posible construir un diagrama PTT. **[medina]** Dicha ecuación describe como el material cambia de una fase a otra a una temperatura constante. Fue creada con la intención de describir la cinética de recristalización en los metales:

$$K = \nu e^{-\frac{\Delta E}{k_B T}} \quad (\text{Ec 2.3})$$

Es difícil obtener un diagrama PTT en aluminios esto debido que la composición química en solución sólida está en constante cambio. Por medio de diferencial de resistividad es posible construir un diagrama, debido a la baja amplitud de la contribución de soluto a la resistividad. Las variaciones que se presenten en la resistividad del aluminio puro se registran y posteriormente para la misma temperatura la aleación de aluminio a investigar. La diferencia entre las dos variaciones elimina la contribución de la matriz del aluminio. En un alto rango de temperatura se considera que los precipitados no coherentes aparecen por lo que la curva resultante solo presenta la variación del soluto, es decir, el agotamiento de la solución sólida. **[archambault P.]**

Por medio de la técnica de relajación de esfuerzos es más sencillo lograr mantener estables las condiciones de experimentación por mucho más tiempo, comparadas con ensayos de termofluencia. **[povolo]** la cual consta de someter e material a una deformación plástica a una temperatura elevada y durante periodos de tiempo largos con una carga constante.

Todas y cada una de las técnicas utilizadas experimentalmente al final corrobora la transformación por medio de alguna técnica de microscopia, además de hacer análisis más detallado como, medición de tamaño de grano, densidad de las diferentes fases presentes y observación de mecanismos de

endurecimiento que pudiese llegar a presentar el material como densidad de dislocaciones o diferentes arreglos cristalográficos.

2.3.3 Relajación de esfuerzos y efectividad de la técnica

Recientemente se ha desarrollado un método para determinar simultáneamente la cinética de recristalización estática por encima de su temperatura crítica y la cinética de la precipitación inducida por deformación, expresándolo en un diagrama PTT por medio de ecuaciones teóricas, microscopia de transmisión o el método de relajación de esfuerzos. **[medina]**

Una de las más importantes consecuencias es un material deformado por relajación de esfuerzos y/o fluencia. La relajación de esfuerzos en metales y aleaciones puede ser determinada por medio de la difusión heterogénea de los elementos de adición y por mecanismos microestructurales. Los esfuerzos residuales disminuyen debido al reordenamiento de arreglos de dislocaciones y alteraciones en el proceso de precipitación respectivamente. Ambos procesos suelen estar vinculados entre sí. **[u martin]**

Durante la relajación ambos procesos pueden disminuir los esfuerzos, mientras que la precipitación inducida por deformación puede incrementarlos. Es por esto que la técnica de relajación de esfuerzos puede determinar el reblandecimiento o endurecimiento con temperatura de un material. **[Cao Y.]**

Una de las ventajas de la técnica es la detección del inicio (P_s) y fin de la precipitación (P_f) con buena repetitividad y confiabilidad en cada uno de los ensayos. Además es posible observar como aumenta el tiempo de precipitación al disminuir la temperatura. **[monajati medina Wang cao]** En las curvas obtenidas por medio de esta técnica se puede observar la formación de una meseta y cuando se estabiliza la curva toma la misma forma que las obtenidas a mayores temperaturas. **[medina]**

Es un hecho que la precipitación y la recristalización y/o recuperación se encuentran en competencia debido a que les es necesario energía para poder ocurrir. Antes de llevarse a cabo la precipitación, la recristalización y/o recuperación comienzan rápidamente, lo que se conoce como etapa inicial (I) donde la cinética de reblandecimiento surge. La segunda etapa (II) donde comienza la precipitación, la recristalización y/o recuperación disminuyen su actividad y más aún se detienen esto debido a que los precipitados comienzan el efecto de anclaje. La fracción volumétrica de los precipitados aumenta conforme transcurre el tiempo y cuando se completa el tamaño de las partículas de precipitados comienzan a crecer debido a la conducción de la energía interfacial. A medida que el engrosamiento de los precipitados alcanza un cierto nivel, la fuerza de anclaje no es suficiente para poder retener la recristalización y/o recuperación por lo que comienza la tercera etapa (III) y se da de nuevo el reblandecimiento del material. [Wang] esto se puede llegar a apreciar en la siguiente. (Figura 2.15)

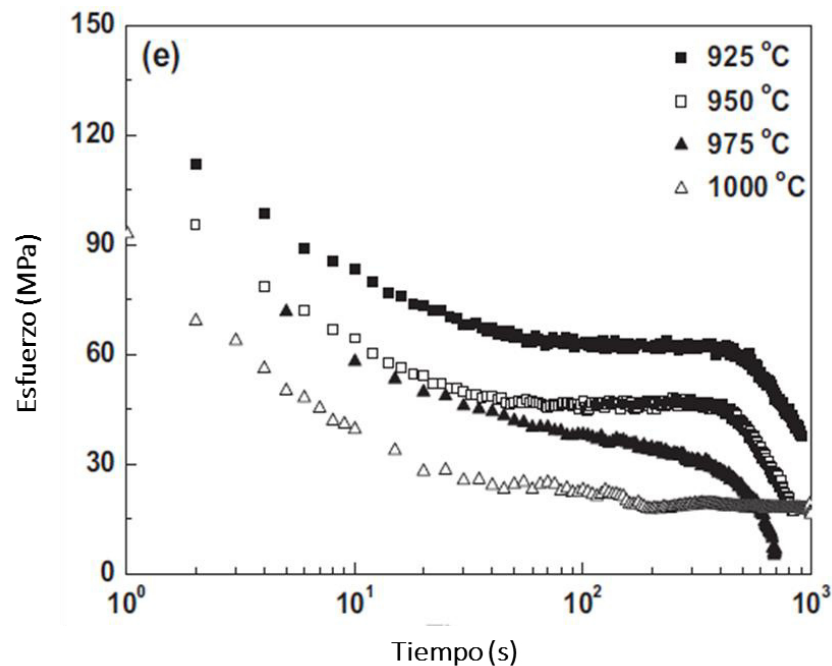


Figura 2.15 Curvas de relajación de esfuerzos de un acero a diferentes temperaturas. [Cao Y]

Al aumentarse el esfuerzo se aumenta la tensión lo que se asocia con el aumento de la densidad de dislocaciones y la formación de algunos límites de subgranos, esto gracias al endurecimiento por trabajo y la recuperación dinámica. Típicamente en aleaciones que presentan de una baja a intermedia energía de falla de apilamiento como es el caso del níquel o aceros inoxidable, la recuperación dinámica tiende a ser más lenta. Además la alta densidad de dislocaciones por lo general promueve la aparición de la cristalización dinámica una vez que el esfuerzo crítico se ha superado. **[yuan h]**

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Introducción

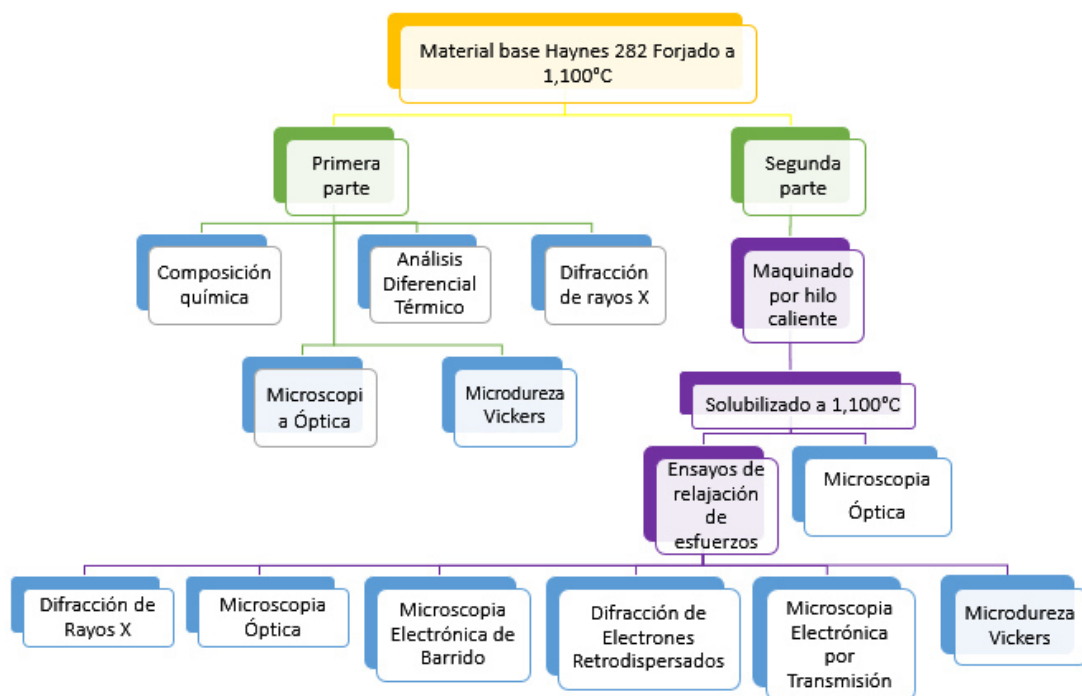
En el presente capítulo se detalla el proceso experimental que se llevó a cabo para lograr el objetivo del proyecto. Dicha experimentación se realizó con el material Haynes 282, para el cual se diseñó un esquema de ensayos basados en bibliografía previamente documentada (**Santella Mike, 2010**).

Cabe mencionar, que el material estudiado en el presente trabajo fue facilitado por la empresa Frisa Forjados S.A. de C.V. (Monterrey, México).

Además, de que parte de la experimentación se llevó a cabo en las instalaciones de la Universitat Politècnica de Catalunya (Barcelona, España), en el departamento de Ciencia de los materiales e ingeniería Metalúrgica, en Centre Tecnològic de Manresa (Manresa, España), en el Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica (Monterrey, México), así como también en Universiteit Ghent (Gante, Bélgica) en el departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería.

3.2 Diseño de experimentos

Para la elaboración del proyecto se generó un esquema (**esquema 3.1**) en donde se puede apreciar el seguimiento que se le dio al trabajo experimental. Dicho esquema se divide en dos partes, la primera parte se realizó con el fin de conocer las condiciones a las cuales se recibía el material y determinar la evolución de las propiedades del material al ser sometido a un calentamiento de alta temperatura, mientras que la segunda parte se realizó para poder lograr los objetivos del presente trabajo.



Esquema 3.1 Esquema general de la metodología experimental.

3.3 Caracterización del material base

El desarrollo experimental se realizó con una pieza, la cual fue proporcionada bajo la condición de compresión a alta temperatura, específicamente a 1,100°C. Se cortó la pieza por la mitad de manera radial como se muestra en la siguiente imagen (**figura 3.1**) con el fin de obtener la cantidad de muestras necesarias para la caracterización de la misma.

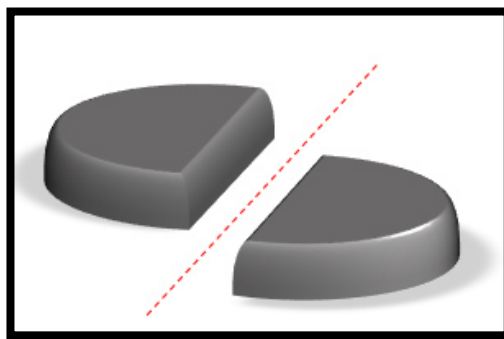


Figura 3.1 Corte radial de la pieza deformada para su análisis.

3.3.1 Análisis químico

La composición química nominal se obtuvo en base a la ya antes establecida por **(HAYNES®282®ALLOY, 2008)** en relación a su peso porcentual, como se muestra en la siguiente tabla **(Tabla 3.1)**.

Adicionalmente se determinó la composición química por medio de la técnica de fluorescencia el cual por medio de un haz de luz ultravioleta excita los átomos de cada uno de los elementos presentes en el material y midiendo sus intensidades, es posible conocer la composición química de manera cuantitativa.

Tabla 3.1 Composición química del Haynes 282 en peso porcentual de acuerdo a **(HAYNES®282®ALLOY, 2008)** y por medio de la técnica de fluorescencia.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Mn	Si	C	B
Haynes®282®alloy	57"	20	10	8.5	2.1	1.5	1.5*	0.3*	0.15*	0.06	0.005
	" Como balance										
	* Como máximo										
	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Mn	Si	C	B
Técnica de fluorescencia	55	18	9.6	7.7	2.3	2.7	1.32	0.051	1.82	-	-
	" Como balance										
	* Como máximo										

3.3.2 Análisis metalográfico

Siguiendo con el esquema ya antes mencionado, para lograr observar la muestra por medio de microscopía óptica, fue necesario tomar una sección de la pieza para observar la microestructura inicial. Utilizando las técnicas convencionales de preparación metalográfica, las cuales constan de corte, para lo que se utilizó una cortadora Struers Accutom-5, para el montaje en baquelita, se colocó la pieza en una montadora Struers LaboPress-1, utilizando baquelita negra a una temperatura de 180°C por 6 minutos y 4 minutos de enfriamiento con agua, y una fuerza a compresión de 35kN.

Consecutivamente se desbasto y pulió en una pulidora Struers LaboPol-1, usando lijas de carburo de silicio de 320, 500, 800, 1200 con agua. Se prosiguió con paño MD-Nap para obtener un acabado espejo y se utilizó el reactivo Kalling's (100ml de HCL, 100ml de Etanol y 5grams de CuCl_2) para revelar la microestructura y así poder observarla por medio de un microscopio óptico Carl Zeiss MicroImaging en el Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica.

3.3.3 Análisis térmico

Posteriormente, se efectuó un análisis térmico diferencial (DTA por sus siglas en inglés) desde temperatura ambiente hasta los 1,400°C utilizando un equipo Linseis modelo STA PT 1600. La preparación de la muestra es muy importante debido a que debe de estar bien distribuida y homogénea en el contenedor para así facilitar el desprendimiento de los gases.

Para lograr una muestra bajo las condiciones aceptadas fue necesario maquinar una sección del material para obtener un diámetro de 5 milímetros, y utilizando una cortadora Accutom-5, Struers de alta precisión con un disco de corte de diamante y agua como lubricante, obteniendo así una pieza no mayor a 1 milímetro de espesor. Posterior a eso se realizó un desbaste a mano utilizando lijas desde la 800 a 1200 y paño MD-Nap con alúmina de 0.1 μm para obtener el acabado espejo y un peso de 0.5 gr.

3.4 Pruebas de relajación de esfuerzos

El material fue maquinado con hilo caliente con dimensiones cilíndricas de 5 milímetros de diámetro por 10 milímetros de altura, como se muestra en la siguiente imagen (**figura 3.2**). Posteriormente se sometieron las piezas cilíndricas a un tratamiento de solubilizado de 1,100°C, por 1 hora en un horno marca Hobersal tubular modelo ST-16 con una atmósfera controlada de argón.

El enfriamiento se llevó a cabo en agua a temperatura ambiente, esto inmediatamente al término de una hora. Una de las piezas fue preparada metalográficamente y vista en el microscopio óptico para corroborar la disolución del material. Todo esto se realizó en Barcelona, España. Una vez ya enfriadas las piezas fue necesario lijarlas con una lija de carburo de silicio de 800, esto para desprender la capa de óxido que se había formado durante el solubilizado.

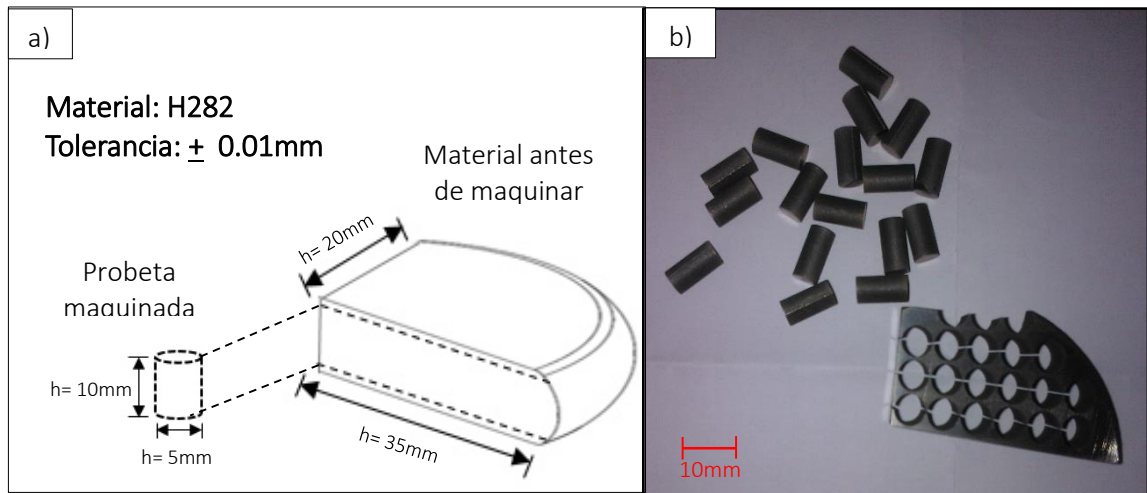


Figura 3.2 a) Dimensiones de las probetas y del material antes de ser maquinado, b) Imagen real de las probetas después de ser maquinadas.

Los ensayos de relajación de esfuerzos se llevaron a cabo en un dilatómetro de la firma alemana Bähr, MODELO DIL805A/D. El cual es capaz de simular procesos termomecánicos a alta temperatura en muestras pequeñas, permitiendo así registrar cambios de fases y microestructurales.

El equipo contiene módulos de compresión, tracción-compresión y dilatómetricas. Algunos de los parámetros que se pueden llegar a controlar son; la temperatura, deformación, velocidad de deformación, tiempo entre deformaciones, así como también la velocidad de enfriamiento y calentamiento.

En el actual trabajo solo fue requerido el módulo de compresión, que consta de un actuador hidráulico que permite deformar las muestras, también contiene una bobina de inducción que puede llegar a alcanzar una temperatura de

1,500°C. La velocidad tanto de calentamiento como enfriamiento puede llegar a ser hasta de 100 K/s, con una atmosfera de argón, helio o hidrogeno, y de ello dependerá el rango de velocidad debido a las características de cada uno de estos gases. En la siguiente imagen (**figura 3.3**), se muestra el dilatómetro en cuestión, el cual se encuentra en las instalaciones del Centre Tecnològic de Manresa en Manresa, España.

Los ensayos que se realizaron para este proyecto se hicieron con una atmósfera de Argón para evitar que las probetas se oxidaran, además de que las piezas fueron soldadas a un termopar para tener mayor precisión de la temperatura a la cual se está llevando a cabo el experimento.

Las probetas ensayadas se colocaban entre las mordazas y por medio de una computadora se introducían las condiciones a las que se realizaban los experimentos, en el siguiente esquema (**esquema 3.2**) se puede observar los parámetros utilizados durante el desarrollo de cada una de las pruebas.

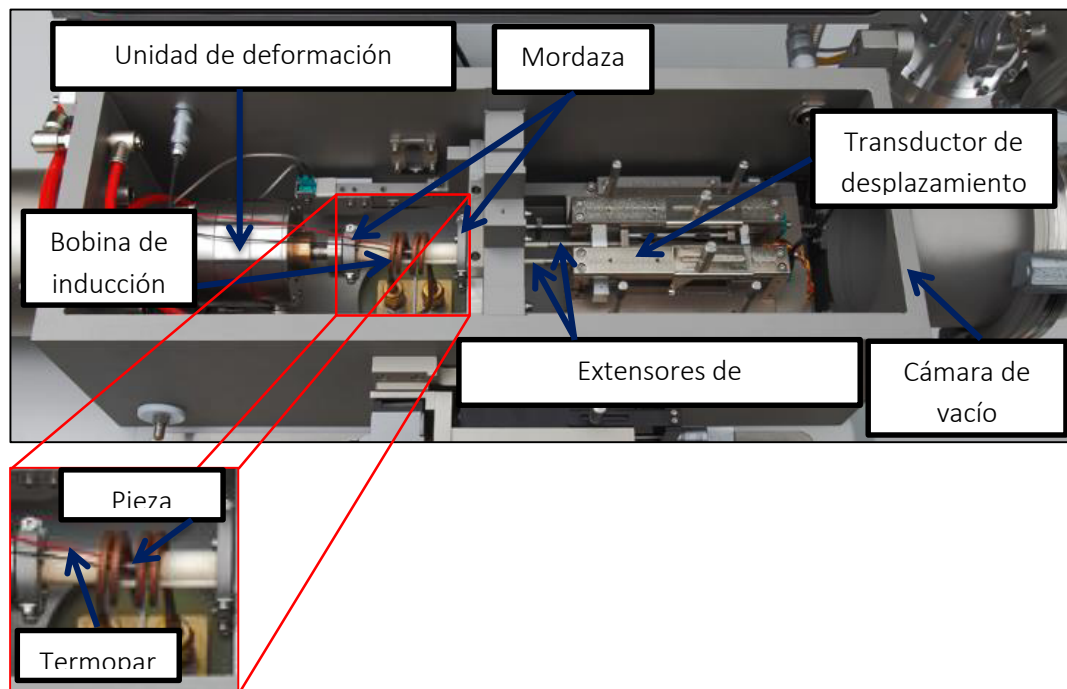
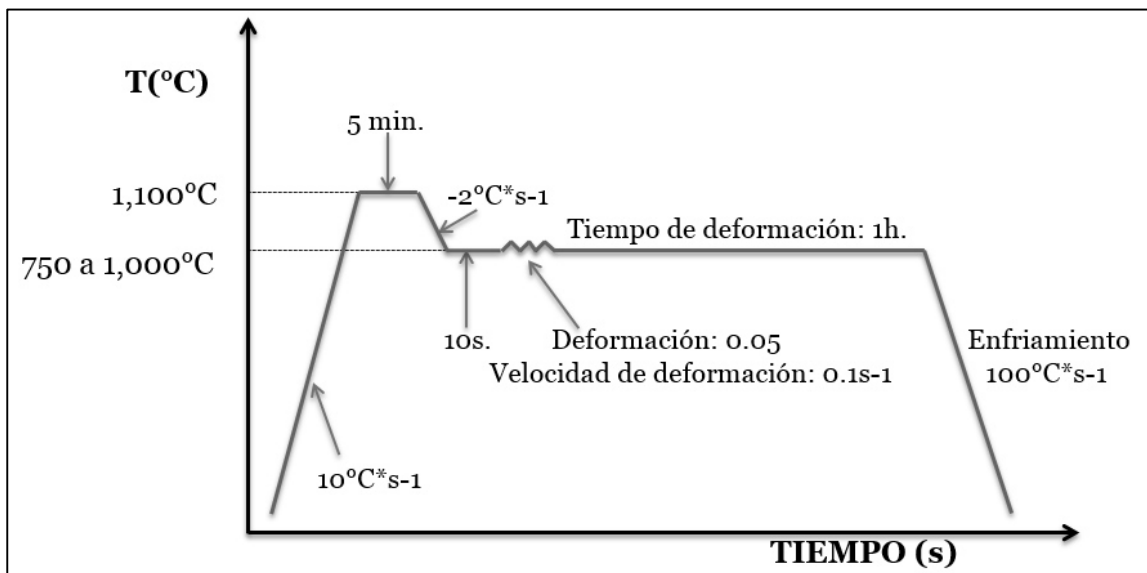


Figura 3.3 Imagen del interior de la cámara de vacío del dilatómetro.

Primeramente se calentaba la pieza a una temperatura de $1,100^{\circ}\text{C}$ y se mantenía por 5 minutos con el fin de que se homogenizara toda la probeta a esa temperatura, seguido de eso se baja a la temperatura de prueba las cuales variaban de 750°C , 800°C , 850°C , 875°C , 900°C , 925°C , 950°C , 975°C y 1000°C , a una velocidad de $-2^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Después de dar un periodo de 10 segundos a que se estabilizara el equipo y temperatura, se aplicaba una deformación de 0.05% a una velocidad de 0.1s^{-1} , esta deformación se mantenía por 1 hora, lo que daba lugar a la relajación de esfuerzos. Para finalizar se enfriaba la muestra con una atmósfera de argón a una velocidad de $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Las diferentes condiciones y nomenclatura que se ensayaron se muestran en la siguiente tabla (**tabla 3.2**), algunas de ellas fue necesario repetirlas para descartar cualquier anomalía que pudiese llegar a presentarse durante la prueba, así también, se realizaron algunos ensayos adelantando su tiempo de enfriamiento, esto para observar la evolución de la precipitación que se daba lugar durante la relajación de esfuerzos.



Esquema 3.2 Representación de los parámetros del ciclo termomecánico.

Tabla 3.2 Condiciones y nomenclatura de las muestras ensayadas termomecánicamente.

Ensayo	Temperatura (°C)	Tiempo (s)
750	750	3600
750A	750	3
750B	750	10
800	800	3600
850	850	3600
875	875	3600
900	900	3600
900A	900	5
900B	900	70
900C	900	70
925	925	3600
925A	925	3600
950	950	3600
975	975	3600
975A	975	3600
1000	1000	3600

3.5 Preparación de muestras

Para poder analizar las piezas después de haber sido tratadas termomecánicamente fue necesario cortar las probetas de manera longitudinal por la mitad y después de manera transversal como se observa en la siguiente imagen (**figura 3.4**) utilizando una cortadora accutom-2 de la marca Struers. Se colocaron en la montadora LAbPress-3 de Struers, con baquelita semiconductora. Se calentó a 180°C por 6 minutos y 4 minutos de enfriamiento con agua y una fuerza a compresión de 35kN.

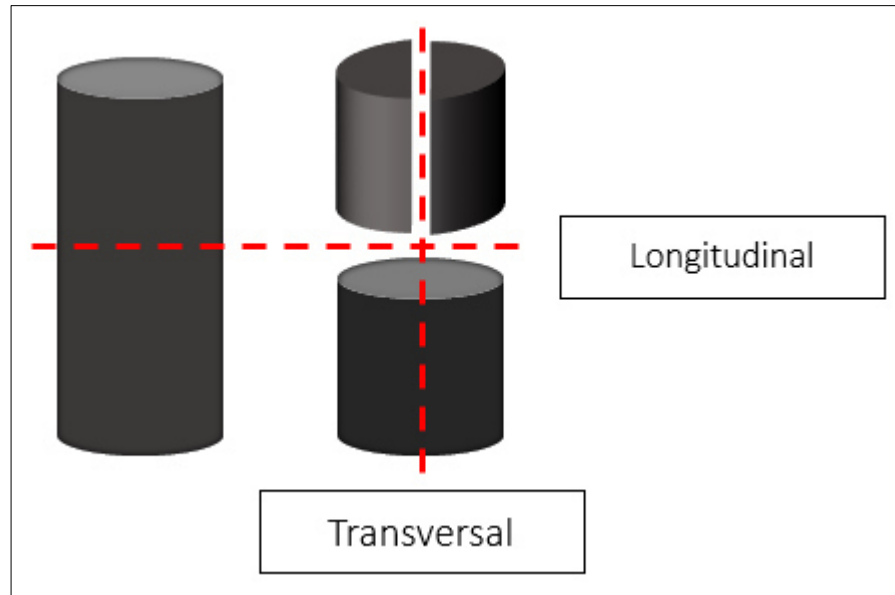


Figura 3.4 Representación de cortes en piezas tratadas termomecánicamente.

Después se desbastaron las piezas en una pulidora Labopol-5, Struers con lijas de carburo de silicio de 240, 400, 600, 800 y 1200. Para el proceso de pulido se utilizaron paños MD-Mol y MD-Nap con suspensiones de diamante de 3 y 1 micra de abrasión respectivamente y para finalizar con paño MD-Chen con suspensión coloidal de sílice OP-U para obtener el acabado espejo. Se limpiaron cada una de las muestras con agua destilada, alcohol y aire comprimido.

3.6 Difracción de rayos X

Es una técnica que utiliza un haz de rayos X que atraviesa un cristal. Al entrar al contacto con el cristal, el haz se divide en varias direcciones debido a la simetría y agrupación de los átomos y, por difracción, da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos de los cristales, aplicando la ley de Bragg, (Nicasio, 2008).

Esta condición puede expresarse mediante la ecuación:

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad [\text{Ec 3.1}]$$

También deben de cumplir con la condición de Laue, la cual explica que las ondas dispersadas electromagnéticas remitidas interfieren entre sí, ya sea constructivamente solo en algunas direcciones, es decir, se refuerzan o bien se cancelan destructivamente. **(figura 3.5).**

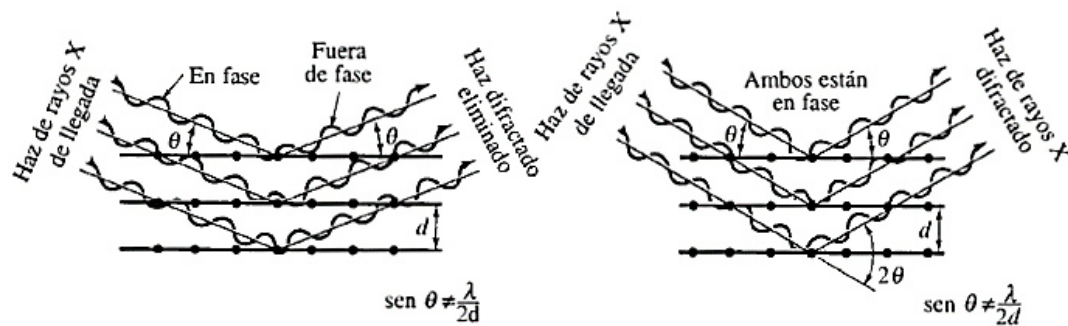


Figura 3.5 interacciones destructivas (a) y de refuerzo (b) las cuales ocurren satisfaciendo la ley de Bragg. **[Askeland]**

El equipo utilizado para realizar esta técnica fue un difractómetro de marca Bruker y los resultados fueron analizados por medio del software Diffract.Eva, donde se analizaron las piezas previamente tratadas termomecánicamente. Los ensayos se realizaron a una velocidad de rotación de 15rev/min de 20° hasta 100° con un incremento de 0.02° y una apertura de 0.11. Esto con la intención de identificar las fases presentes en el material y algunos de los precipitados.

Las muestras examinadas por esta técnica fueron las de 750, 850 y 950. Obteniendo resultados muy parecidos entre ellos, por lo cual se tomó la decisión de no realizar más ensayos.

3.7 Caracterización microestructural por medio de microscopía

Se prosiguió con la caracterización por medio de la técnica de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica por transmisión, esto debido a los diferentes tamaños de precipitados y para lograr identificar las fases presentes y cambios microestructurales.

Se utilizó el mismo reactivo ya antes mencionado (Kalling's que consta de 100ml. de HCL, 100ml. de Etanol y 5gr. de CuCl_2 , colocándose cada uno de ellos en ese mismo orden respectivamente.) Las muestras fueron sumergidas en el reactivo a diferentes tiempos aproximados entre 5 a 20 segundos para lograr un mejor ataque químico. Se limpiaban las muestras con agua destilada, un poco de alcohol y secado con aire comprimido.

3.7.1 Microscopía óptica

Se inició con la técnica de microscopía óptica que sirve de la luz visible para crear la imagen a mayor aumento, para observar el tamaño y forma de grano, cambios microestructurales, además de los diferentes precipitados y fases presentes en el material.

Se utilizó un microscopio óptico de la marca Carl Zeiss MicroImaging en el Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica. Se tomaron imágenes a 5x, 10x, 20x, 50x y 100x en el área transversal y longitudinal de cada una de las a diferentes condiciones.

Se examinó detenidamente cada una de las imágenes obtenidas y las diferencias entre cada condición, puesto que en base a eso se determinaron las probetas que se analizarían por microscopía electrónica de barrido.

3.7.2 Microscopía electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés) consiste en hacer incidir un delgado haz de electrones acelerados, sobre una muestra gruesa. Este haz realiza un barrido sobre la superficie de la muestra haciendo una trayectoria de líneas paralelas y por medio de un detector y un amplificador de señal se muestra el resultado de la interacción.

Para este trabajo se utilizaron las técnicas de electrones retrodispersados (ER) para obtener información cristalográfica, electrones secundarios (ES) para observar la topografía de la superficie de la muestra y espectroscopia por dispersión de energía de rayos-X (EDS por sus siglas en inglés) para un microanálisis y distribución de elementos en el material. También se utilizó la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) para determinar la orientación cristalográfica preferencial del material y tamaño de grano.

Las imágenes se tomaron utilizando un voltaje de 15kV, a una distancia mínima de trabajo aproximada de 8 milímetros a diferentes aumentos (2Kx, 3Kx, 5Kx y 10Kx), además en las piezas de 800, 850, 900, 950 y 1000 fue posible tomar imágenes a 50Kx y 100Kx aumentos. Utilizando un Microscopio electrónico de barrido marca JSM7600F FEG SEM, el cual se encuentra en la universidad de Ghent y JEOL JSM7001F, el cual se encuentra en el Centre Tecnològic de Manresa en Manresa, España.

Cuando el haz de electrones choca contra la muestra genera una determinada señal, de las cuales algunas se detallan a continuación:

Los **electrones secundarios** se producen debido a las colisiones inelásticas, es decir, son electrones de baja energía que resultan de los átomos superficiales de la muestra. La imagen que se obtiene de la muestra presenta una apariencia tridimensional.

Los **electrones retrodispersados**, se producen por colisiones elásticas entre el electrón del haz y el núcleo de los átomos, también conocido como dispersiones de Rutherford. La intensidad con la que se emite depende del número atómico medio de la muestra, es por esto que los átomos más pesados producen mayor cantidad de electrones restrodispersados.

La imagen obtenida por esta técnica revela diferencias en la composición química utilizando diferentes tonalidades de grises y contrastando cada uno de los elementos químicos asignándole un color diferente.

Otra posibilidad es la **espectroscopia por dispersión de energía de rayos-X**, consiste en que la interacción que se da entre los electrones y la muestra ocasionen vacantes en los niveles más externos, lo que provoca que los electrones más cercanos al núcleo salten a estados energéticos superiores y emitan un fotón de rayos-X, la cual está directamente relacionada con el peso atómico del elemento emisor. De esta manera se puede asociar a un elemento de la tabla periódica y además por el número de fotones de cada energía puede llegar a ser un análisis cuantitativo.

3.7.3 Análisis por difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La orientación cristalográfica describe la dirección de los planos dentro de un volumen de un cristal con respecto a un sistema de referencia. Es importante encontrar dicha orientación preferencial o textura ya que existen muchas propiedades y características del material que están relacionadas a este fenómeno. Dicha técnica se basa en el análisis de patrones, líneas o bandas de Kikuchi, las cuales engloban todas las relaciones angulares de un cristal. Estas líneas paralelas resultan de la interacción entre el haz de electrones y los átomos ubicados en los planos atómicos que están favorecidos por la ley de Bragg. **(Figura 3.6).**

Dichos patrones se relacionan al material de la siguiente manera:

- Las distancias entre las líneas corresponde al espacio interplanar.
- Su espesor e intensidad corresponde a cierto plano cristalográfico.
- Los ángulos están relacionados a los ángulos entre planos.
- La intersección correspondo a un polo.

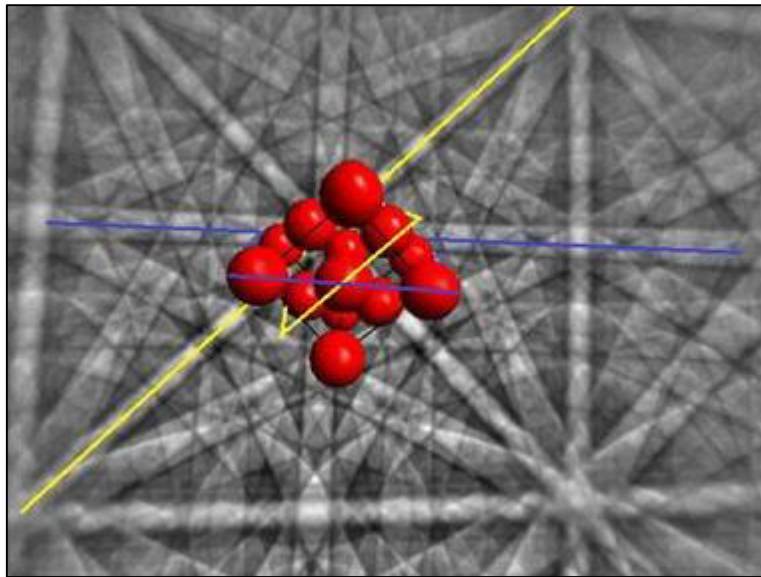


Figura 3.6 Patrón de Kikuchi de Níquel con un cristal sobrepuesto donde se observa la orientación de un patrón de difracción.

Es muy importante que la preparación de muestras y colocación de la pieza para el análisis por EBSD sea muy precisa puesto que una mala preparación o colocación podría dar una información incorrecta y la interpretación de los resultados sería más complicada y errónea.

Se utilizó la misma secuencia de desbaste y pulido, solo que para esta ocasión fue necesario remover las piezas de la baquelita. Se colocaron las muestras en una base metálica para la sujeción y buena conducción dentro del microscopio electrónico de barrido. En la siguiente imagen (**figura 3.7**) se

muestra un esquema en representación de cómo estaba sujeta la pieza además de la manera en que fue colocada dentro del SEM.

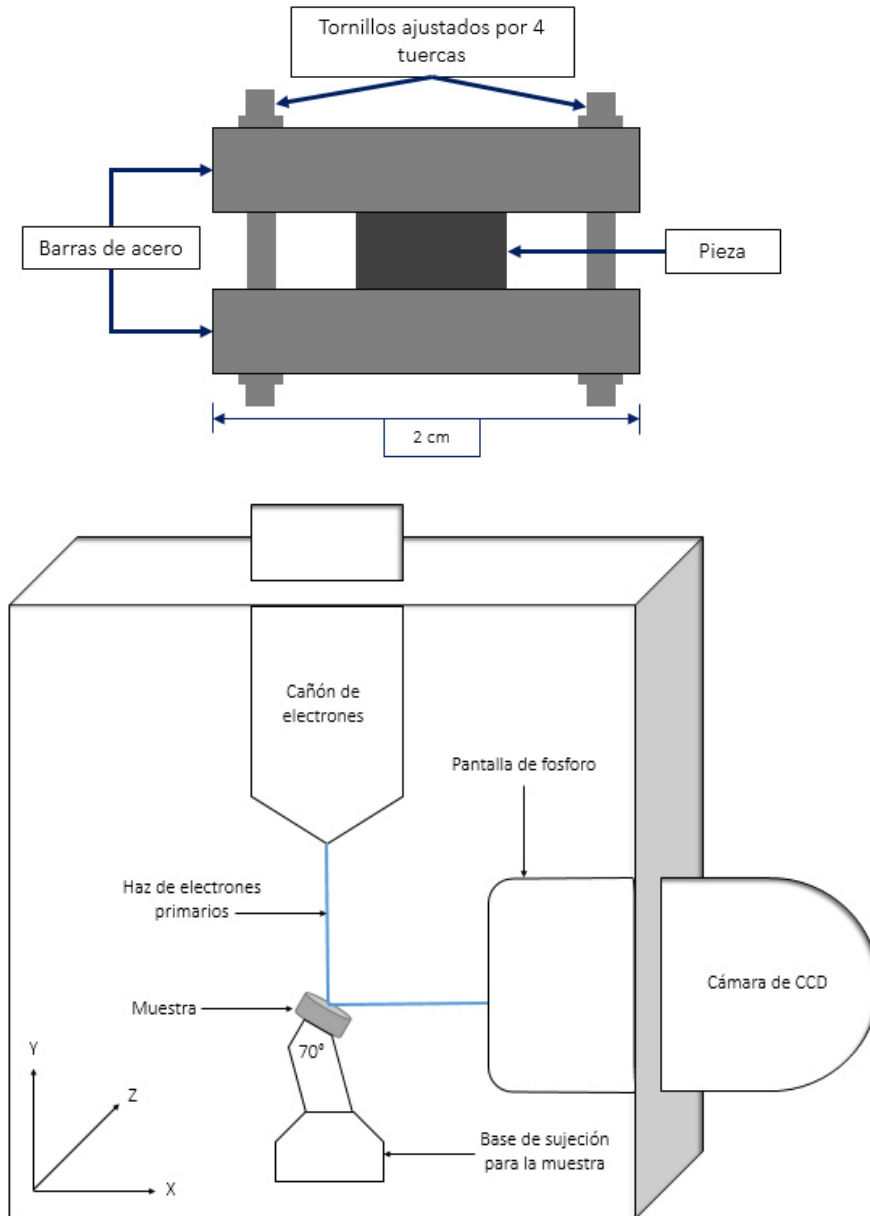


Figura 3.7 Representación de sujeción de muestras y posición dentro del SEM.

El análisis se llevó a cabo en algunas de las muestras de manera transversal y longitudinal a 200 aumentos, se decidió trabajar con un paso de 2 micrómetros por el tamaño de grano y el área que se escaneó fue de $x=625$, $y=1250$. El equipo

que se utilizó fue un FEG SEM Quanta-450 FEI, ubicado en la universidad de Ghent, en Ghent Bélgica. Además para el análisis de las piezas se utilizó el software OIM Data Analysis para obtener principalmente la figura inversa de polos (IPF por sus siglas en ingles) y la función de distribución de orientaciones (ODF por sus siglas en ingles).

Para determinar el tamaño de grano, se realizó bajo la norma E 112-96 y utilizando una plantilla de comparación y el método de campo claro, se determinó el tamaño de grano para las muestras 800, 850, 900, 950 y 1,000. Como se muestra en la siguiente imagen (**figura 3.10**).

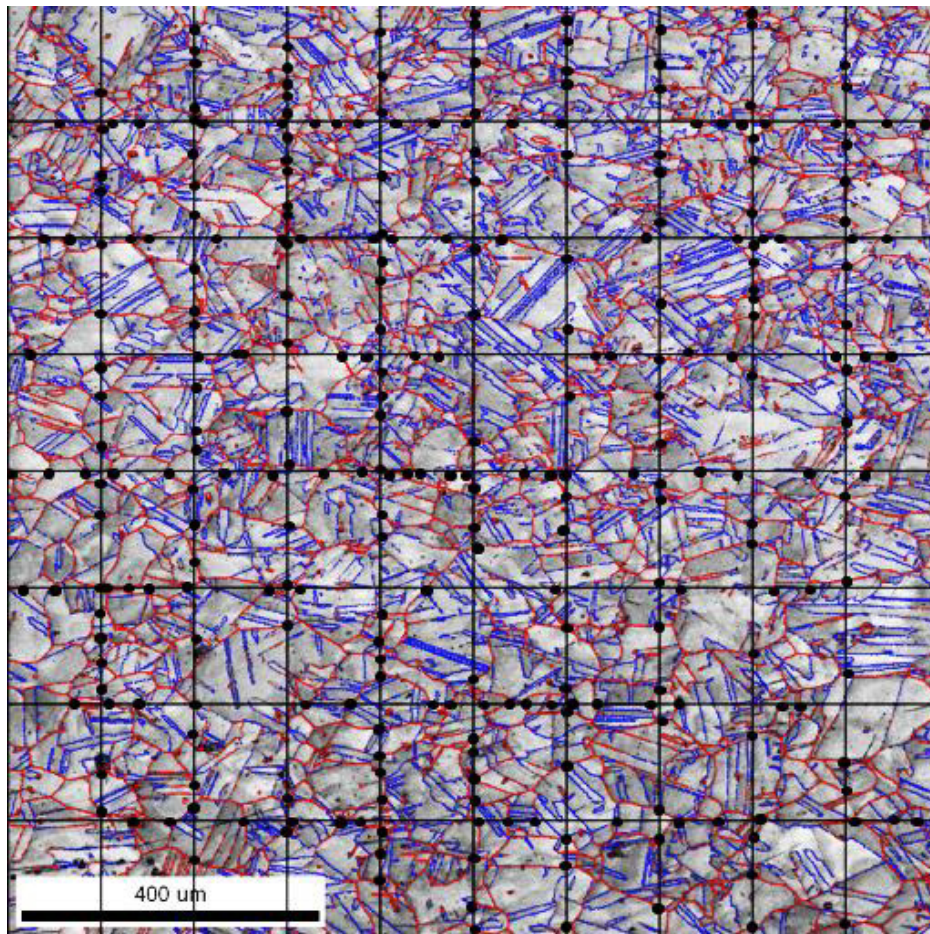


Figura 3.10 Micrografía de muestra 800 con plantilla, utilizada para la obtención de tamaño de grano.

Una vez analizadas todas las muestras con la plantilla y señalados los puntos donde intersecciona límite de grano con las líneas verticales y perpendiculares se utilizaron las siguientes ecuaciones:

$$\text{Intersección de línea} = \frac{\text{Largo de línea horizontal (mm)}}{\text{Numero de Intersecciones}} = \text{mm} \quad [\text{Ec. 3.2}]$$

$$\text{Tamaño de grano} = \frac{[\text{Intersección de la línea (mm)} * \text{Magnificación } (\mu\text{m})]}{\text{Largo de línea de escala (mm)}} = \mu\text{m} \quad [\text{Ec. 3.3}]$$

Después de obtener el valor para cada línea horizontal y vertical se obtuvo un promedio de tamaño de grano y además se calculó la desviación estándar por cada una de las condiciones. Dichos valores se graficaron en relación a su microdureza y temperatura.

Tomando en cuenta las imágenes obtenidas de las probetas analizadas por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, se tomó la decisión de solo analizar 2 muestras por medio de la técnica de microscopía electrónica por transmisión, debido al poco tiempo disponible para uso del equipo.

3.7.3 Microscopía electrónica por transmisión

La microscopía electrónica por transmisión consta de hacer pasar un haz de electrones el cual está focalizado por dos lentes condensadoras sobre una muestra delgada. Algunos de los electrones son dispersados debido a las colisiones elásticas e inelásticas, mientras que los que no se dispersan son recogidos y focalizados por lentes objetivas y se amplía la imagen con lentes proyectoras. Al final se proyecta la imagen obtenida en una pantalla fluorescente o bien una película fotográfica. El equipo utilizado y partes importantes se muestran en la siguiente (**figura 3.11**).

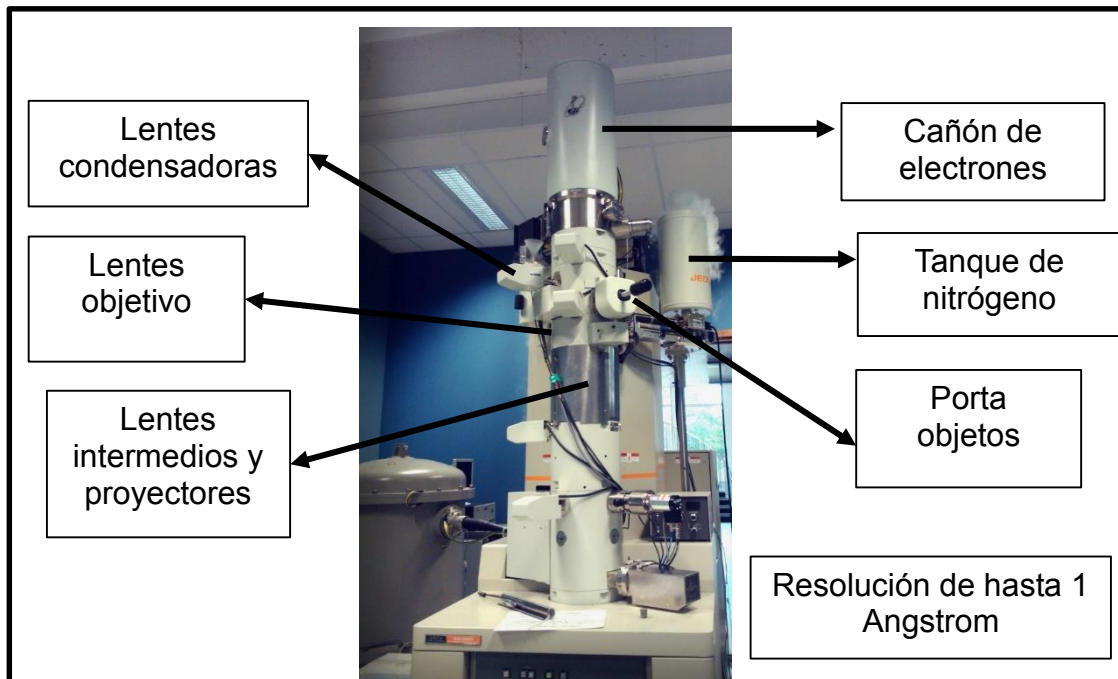


Figura 3.11 Microscopio electrónico por transmisión JEM-2200FS de la marca JEOL utilizado en el presente proyecto.

Se tomó la decisión de analizar las piezas por medio de esta técnica para poder obtener información de composición química e información cristalográfica, específicamente de la fase gamma prima.

La preparación de la muestras consistió en cortar pequeños discos de las probetas maquinadas de 0.5 milímetros de espesor y posterior a eso desbaste con lijas de carburo de sílice de 800 y 1200 con agua, hasta obtener un espesor entre 0.07 y 0.15 milímetros. El electropulido químico se realizó con una solución de 10% HCl_4 + 90% Metanol, utilizando un equipo de TenuPol-5, Struers a una temperatura de -25°C .

En la siguiente tabla (**tabla 3.3**) se puede ver las piezas analizadas por cada una de las diferentes técnicas de microscopía.

Tabla 3.3 Muestras analizadas por las diferentes técnicas de microscopía.

Muestra	Microscopio óptico	Microscopio electrónico de barrido	Técnica de EBSD		Microscopio electrónico por transmisión
			L	T	
750	✓	✓		✓	
750A					
750B					
800	✓	✓	✓	✓	✓
850	✓	✓	✓	✓	
875	✓				
900	✓	✓	✓	✓	
900A					
900B					
900C					
925	✓				
925A					
950	✓	✓	✓	✓	
975	✓				
975A					
1000	✓	✓	✓	✓	✓

Utilizando un JEM-2200FS de la marca JEOL se analizaron dos piezas la de 800 y 1,000 debido a la diferencia de concentración de dicha fase. Para la indexación de patrones de difracción, se tomó en cuenta la estructura cristalina del material la cuál es la misa que presenta la fase gamma prima cúbica centrada en las caras (FCC por sus siglas en ingles).

3.8 Microdureza Vickers

Debido al tamaño pequeño de cada una de las probetas ensayadas se optó por determinar las propiedades mecánicas en base a ensayos de microdureza Vickers. Se utilizó un microdurómetro de la marca shimadzu HMV.

Esta técnica consiste en penetrar la pieza con un diamante pequeño y con geometría piramidal, aplicándole una fuerza de 9.807N, por 15 segundos. Dejando una huella la cual es medida y posteriormente se convierte en un valor de dureza.

En este trabajo se tomó la decisión de tomar como mínimo 10 indentaciones por muestra y obtener el promedio de ellas para dar resultado como un valor absoluto.

Es muy importante la preparación de la muestra antes de ensayar las probetas, ya que existen diversos factores que deben tomarse en cuenta para la medición:

- Calidad de la superficie a ensayar, como en todos los métodos es importante tener una superficie limpia y libre de óxidos. Aunque no es necesario el acabado espejo, es preferible tener una superficie lisa y plana para una mejor penetración.
- El tamaño y forma de la indentación, el cual debe de ser consistente en cada una de los ensayos y de buena calidad para su medición. El tamaño de la indentación debe de ser grande en comparación con la rugosidad superficie.
- Profundidad de la penetración, es importante tener un mínimo de espesor del material al que se va a ensayar y en base a norma saber que carga aplicar al material.

Es posible obtener resultados en zonas muy pequeñas y áreas seleccionadas de una misma muestra, debido a la carga y el tamaño del indentador. En la siguiente imagen (**figura 3.12**) se observa la superficie de la superaleación Haynes 282 ensayada. Específicamente el área transversal de la muestra de 750, en donde se puede apreciar algunos de los precipitados presentes y dos diferentes indentaciones con diferentes cargas.

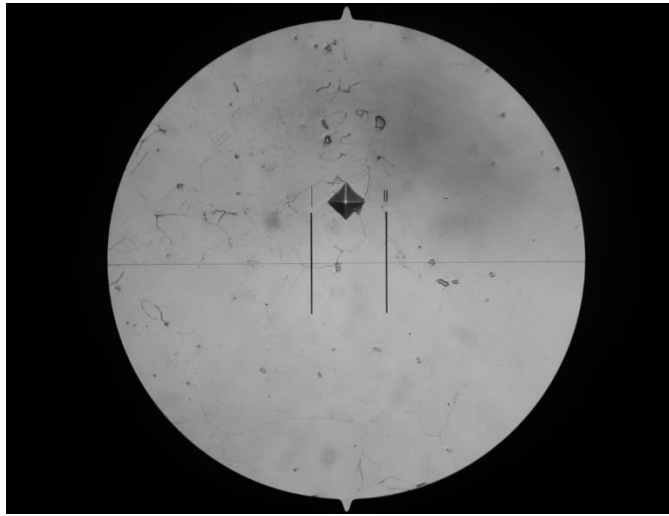


Figura 3.12 Imagen de probeta ensayada a través de la pantalla del microdurómetro.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS

4.1 Introducción

En el presente capítulo se exponen los resultados obtenidos de la experimentación previamente descrita. Se dividirán los resultados obtenidos por las diferentes técnicas que se utilizaron en el desarrollo del presente proyecto.

4.2 Material base

Primeramente se hablara de las condiciones a las cuales se recibió el material, específicamente su análisis metalográfico y térmico, para así poder determinar las condiciones a las cuales se estudiara el material. Una vez descritas sus características y bien establecidas las condiciones a las cuales se evaluara el material, se detallaran los resultados obtenidos por cada una de las diferentes técnicas de caracterización.

4.2.1 Análisis metalográfico

En base al análisis microestructural de la pieza recibida y después del tratamiento de solubilizado de 1,100°C por 1 hora. Se pueden observar diferencias en la forma de grano donde la pieza forjada (**figura 4.1**) presenta claramente granos deformados en la dirección de la deformación y pequeños precipitados intragranulares, así como también la presencia de maclas por deformación. Mientras que la pieza previamente solubilizada presenta un tamaño de grano equiaxial y precipitados de gran tamaño difíciles de disolver como los nitruros de titanio (**figura 4.2**). Las micrografías mostradas fueron tomadas a 200 aumentos utilizando un microscopio óptico.

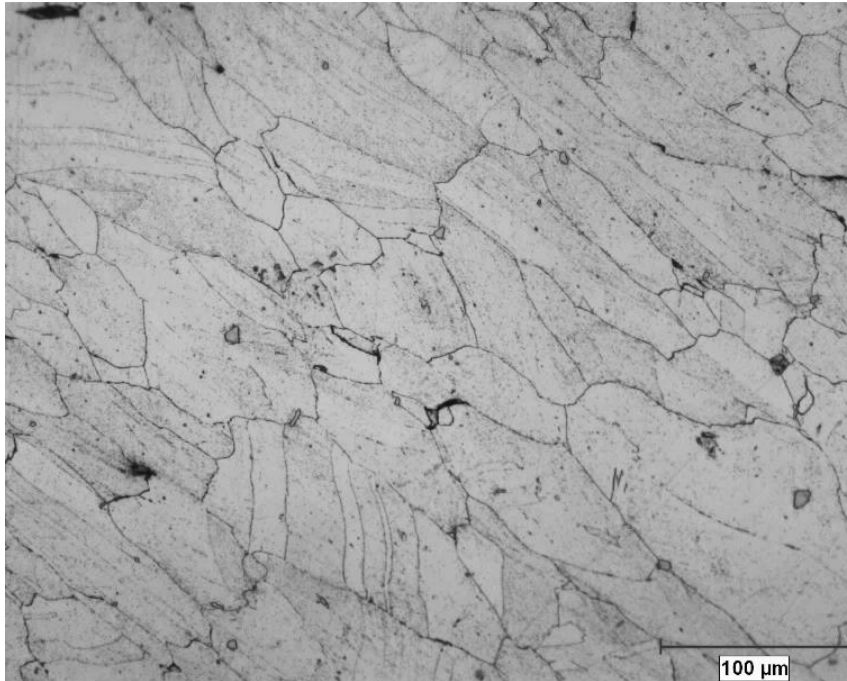


Figura 4.1 Microestructura del material forjado a alta temperatura como se recibió.

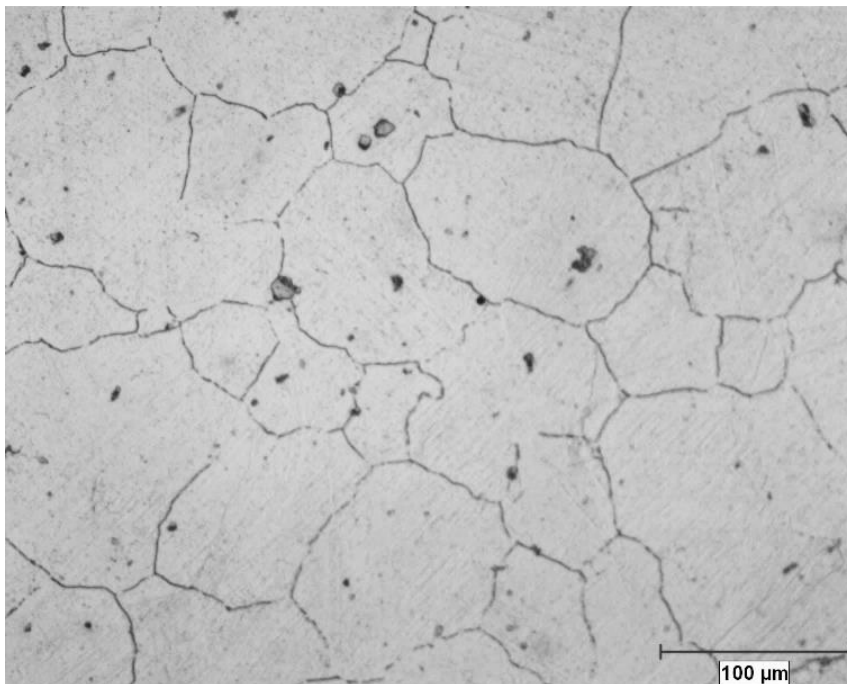


Figura 4.2 Microestructura del material después del solubilizado.

4.2.2 Análisis térmico

Por medio del análisis térmico diferencial es posible observar las transiciones exotérmicas y endotérmicas en función de la temperatura de la superaleación Haynes 282.

En el siguiente grafico se puede ver la evolución de las propiedades del material cuando es sometido a alta temperatura. Se corrieron 3 muestras para eliminar cualquier anomalía que pudiese llegar a presentarse. Los 3 gráficos presentan una igualdad entre ellas muy semejante, **(figura 4.3)** además de presentar un pico exotérmico entre el rango de temperatura de 792.8°C – 1,224.7°C, con el punto más alto a una temperatura de 962.1°C **(figura 4.4)**.

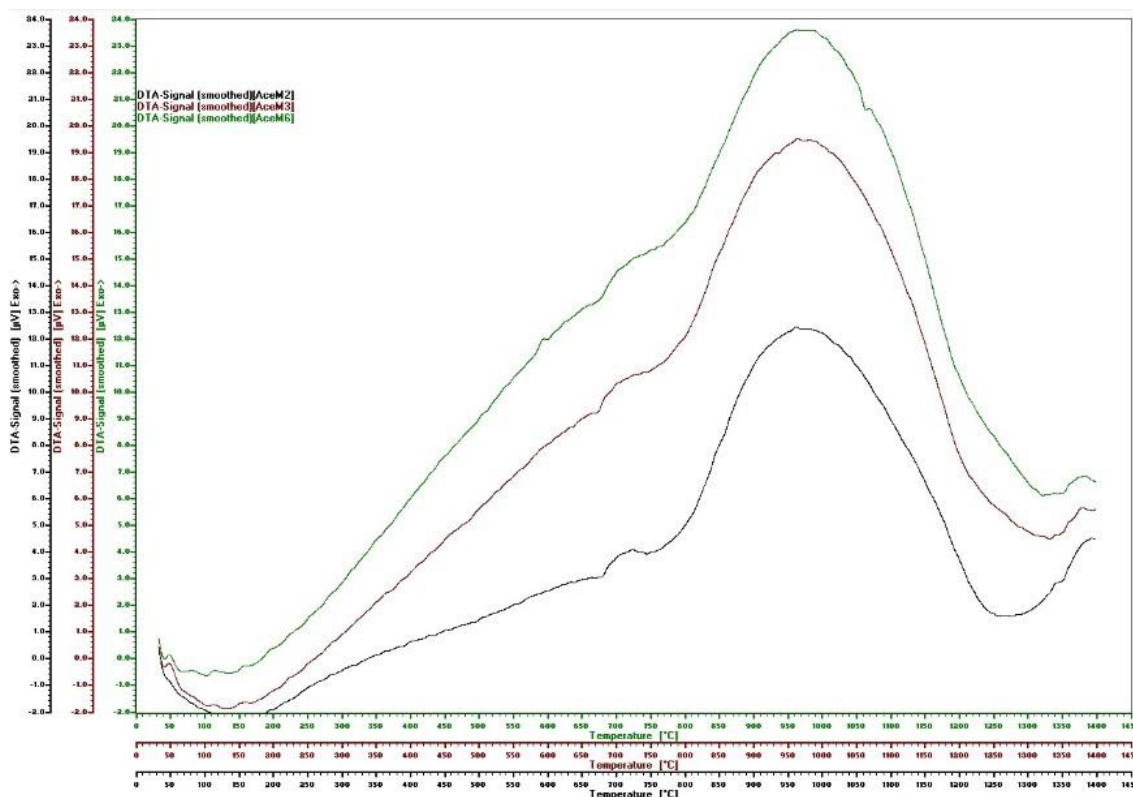


Figura 4.3 Resultados del DTA en superaleación Haynes 282.

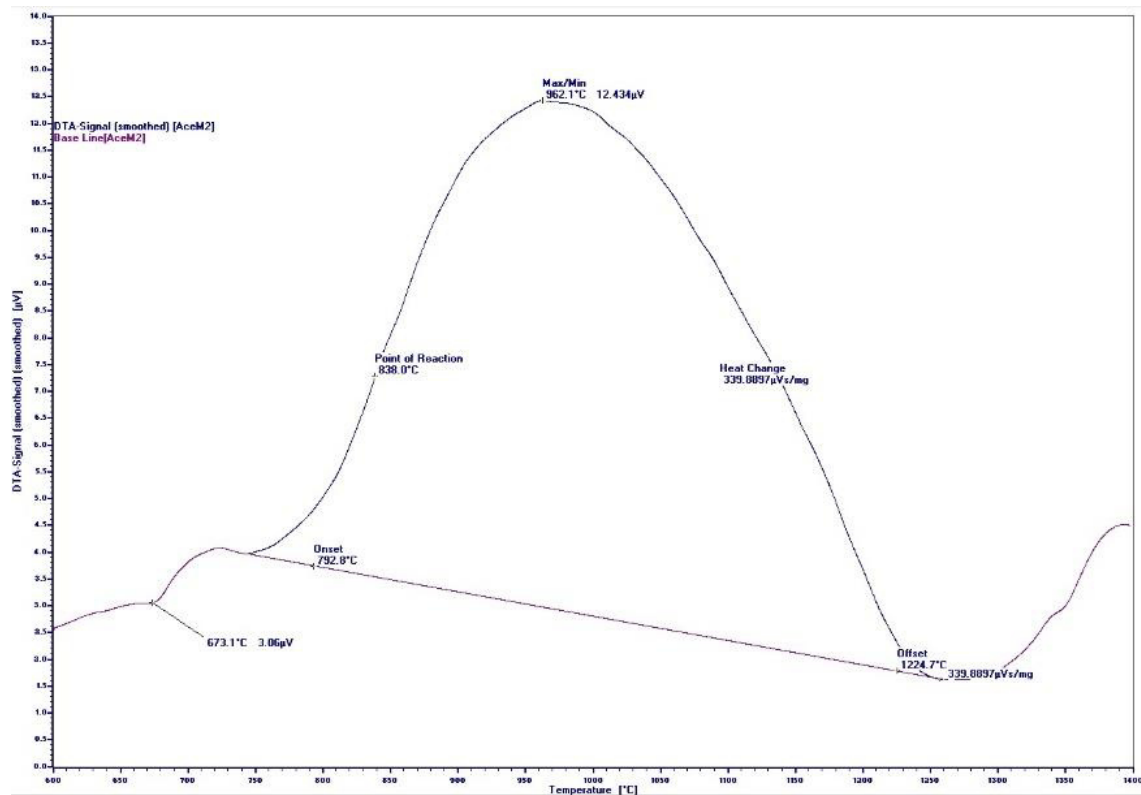


Figura 4.4 Pico exotérmico entre el rango de 792.8°C - 1224.7°C y su punto más alto a la temperatura de 962.1°C.

4.3 Relajación de esfuerzos

Para evaluar el fenómeno de cinética de precipitación se llevaron a cabo ensayos de relajación de esfuerzo. Los resultados obtenidos para cada una de las diferentes temperaturas se muestran en el siguiente grafico (**figura 4.5**) se puede apreciar como disminuye la tasa de perdida de esfuerzo mientras transcurre el tiempo, además conforme disminuye la temperatura el esfuerzo debe ser mayor para lograr mantener el mismo valor de deformación.

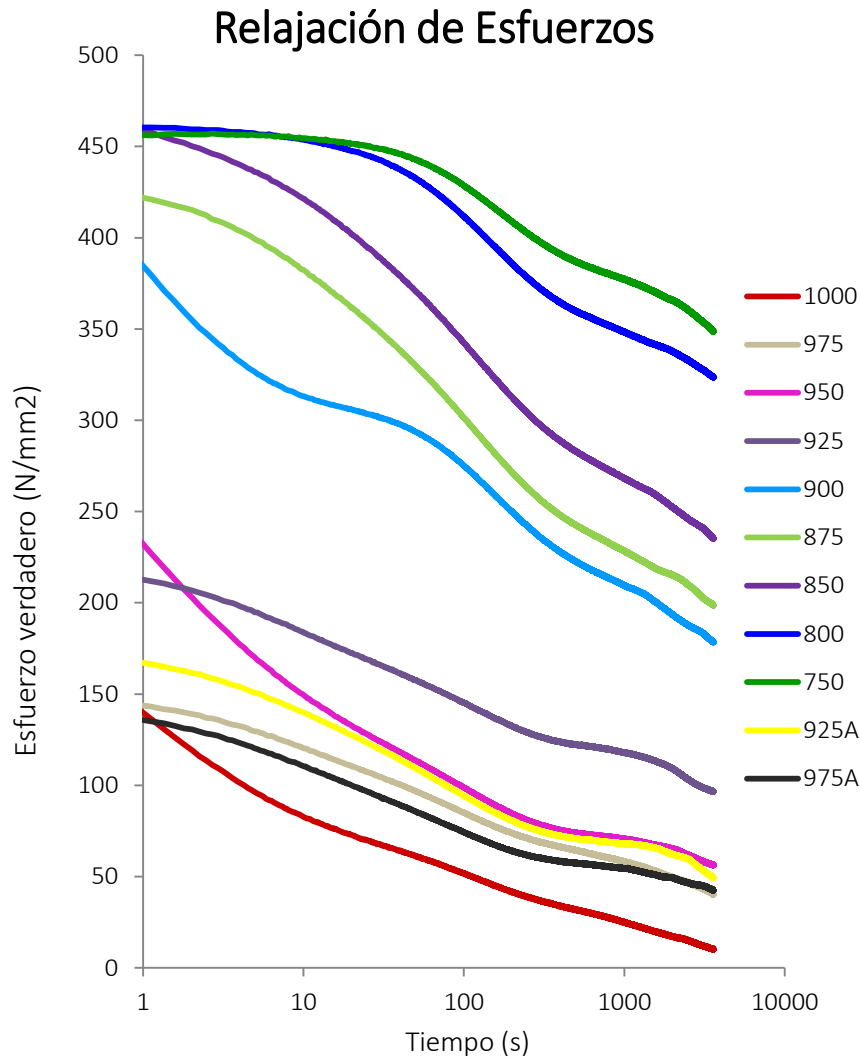


Figura 4.5 Curvas de relajación obtenidas para las diferentes condiciones ensayadas.

Cada una de las condiciones presenta diferente curvatura. Se puede apreciar como comienza a formarse una meseta en cada una de ellas y posteriormente regresa a su pendiente original. Dicha curvatura está relacionada al principio y fin de la precipitación inducida por la deformación.

Para una mayor precisión en la obtención del tiempo de precipitación se graficaron cada una de las diferentes condiciones en el software de MatLab y por medio de la segunda derivada (cambio de pendiente) se pudo relacionar el tiempo

exacto al cual existe una deflexión en la curva. En el siguiente grafico (**figura 4.6**) se muestra la curva obtenida a 900°C, donde se puede distinguir las deflexiones de la curva y relacionar a un tiempo.

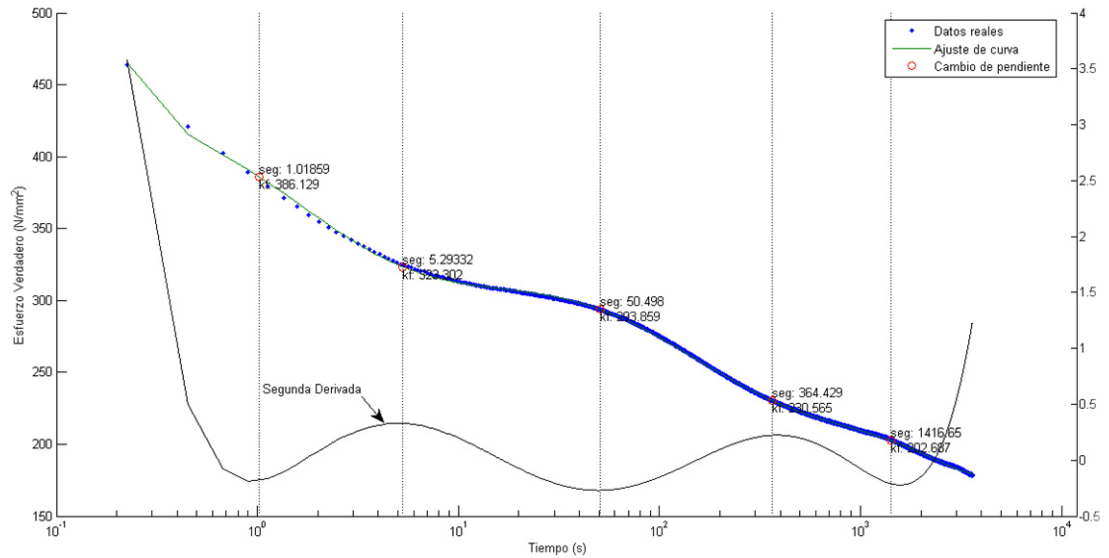
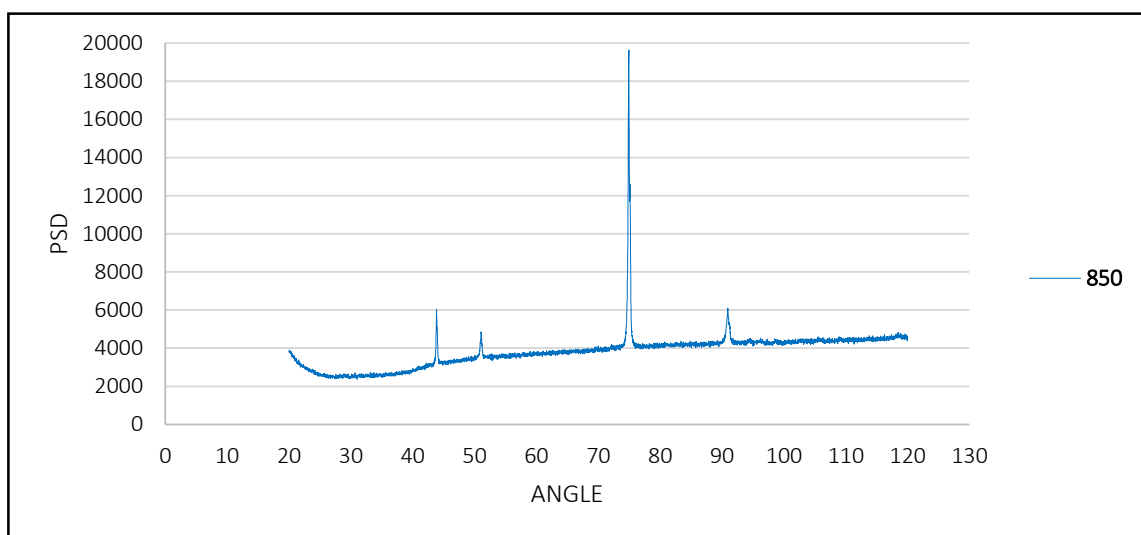
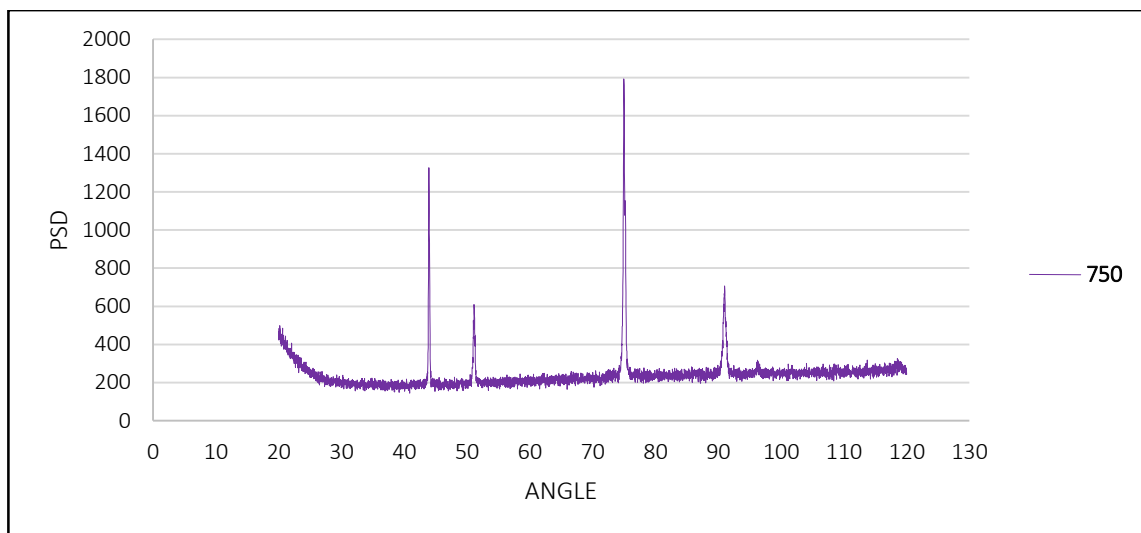


Figura 4.6 Grafica de la muestra de 900°C en MatLab para la obtención de los tiempos de precipitación.

Fue necesario descartar algunas de estas deflexiones ya que se dieron 10 segundos para que el equipo se nivelara y posteriores a una hora también fueron descartadas, puesto que el tiempo de enfriamiento se estaba llevando acabo justo después de 1 hora.

4.4 Difracción de rayos X

Los difractogramas obtenidos (**figura 4.7**) son muy semejantes entre ellos, se puede observar los picos característicos de la matriz austenítica (Ni-Cr-Co-Mo), además también fueron indexados los siguientes elementos: (CrNi), (Fe₅Mn₂Ni₃), (Fe₃Ni₂), (Ni₈₂Ti₁₈), (Cr₂Ni₃) y (MoNi₉) y algunos de ellos se corroboró la presencia por medio de SEM.



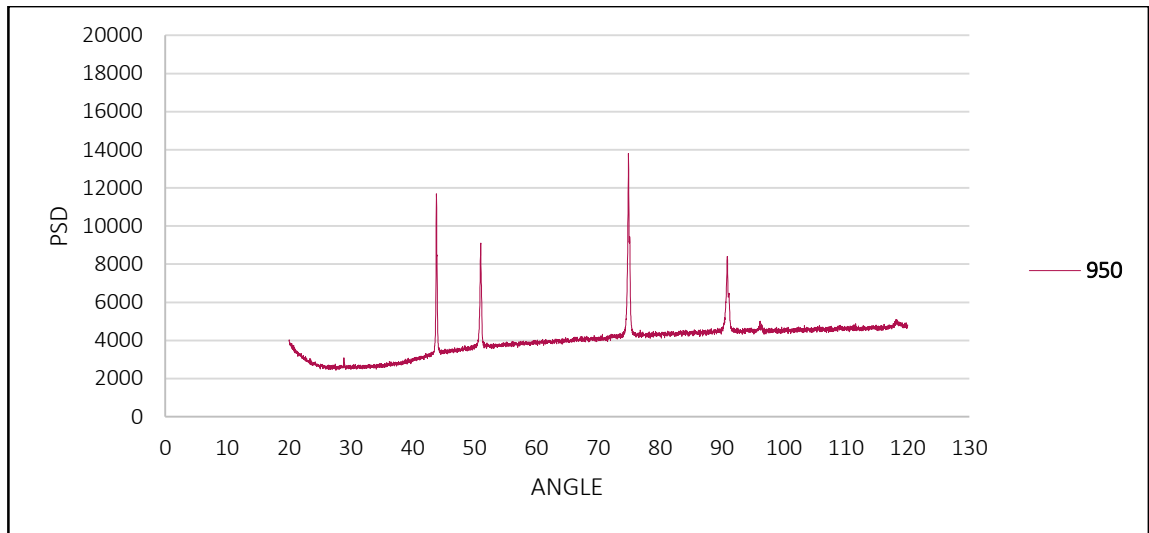


Figura 4.7 Difractogramas obtenidos de piezas (a) 750 (b) 850 (c) 950.

En la siguiente tabla (**tabla 4.1**) se puede observar la indexación de la matriz austenítica (Ni-Cr-Co-Mo) del material Haynes 282, donde se muestra el ángulo en el cual difractó el material, los planos difractados y su intensidad además del valor de d que se le asocian a esta misma fase.

Tabla 4.1 Tabla de parámetros obtenidos por medio de difracción de rayos X.

Indexado	Angulo	valor de d	Intensidad	Intensidad relativa	h,k,l
1	43.451	2.081	405	100.00%	1,1,1
2	50.497	1.8059	101	25.00%	2,0,0
3	74.336	1.275	72.9	18.00%	2,2,0
4	90.144	1.088	56.7	14.00%	3,1,1
5	95.323	1.0421	24.3	6.00%	2,2,2

4.5 Microscopia óptica

En las siguientes imágenes se observa la microestructura de las diferentes condiciones a las cuales se llevaron a cabo los experimentos de relajación de esfuerzos, las imágenes mostradas son a 10 aumentos de manera longitudinal y posteriormente transversal (**figura 4.8 y figura 4.9**) respectivamente.

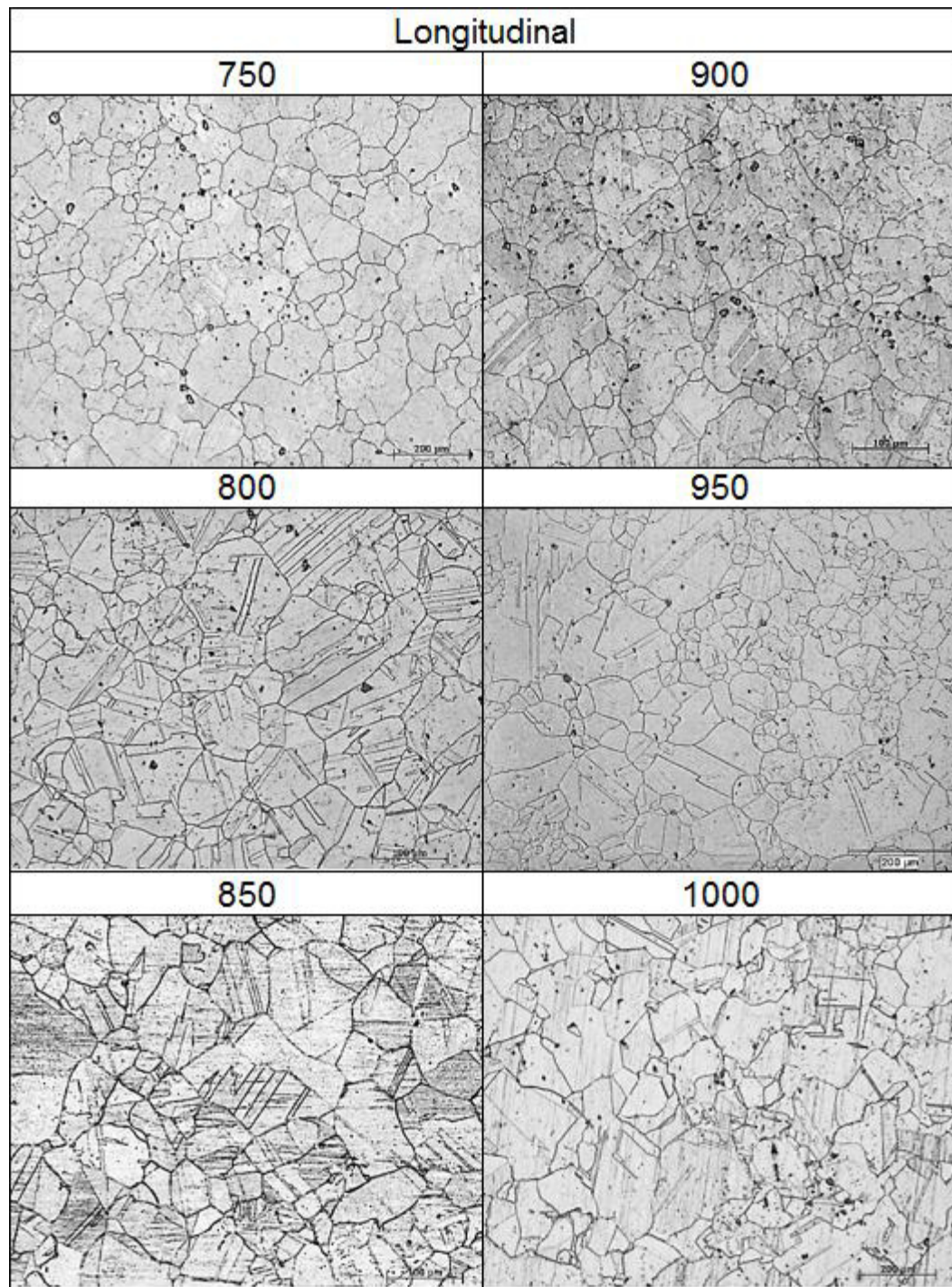


Figura 4.8 Microestructura longitudinal después de relajaciones de esfuerzos a 10 aumentos.

La mayor diferencia se encuentra en la presencia de maclas debido a la deformación aplicada, donde se puede distinguir que la pieza 800 presenta mayor

cantidad de maclas. Así como también se observa como aumenta la cantidad de precipitados en la muestra 900.

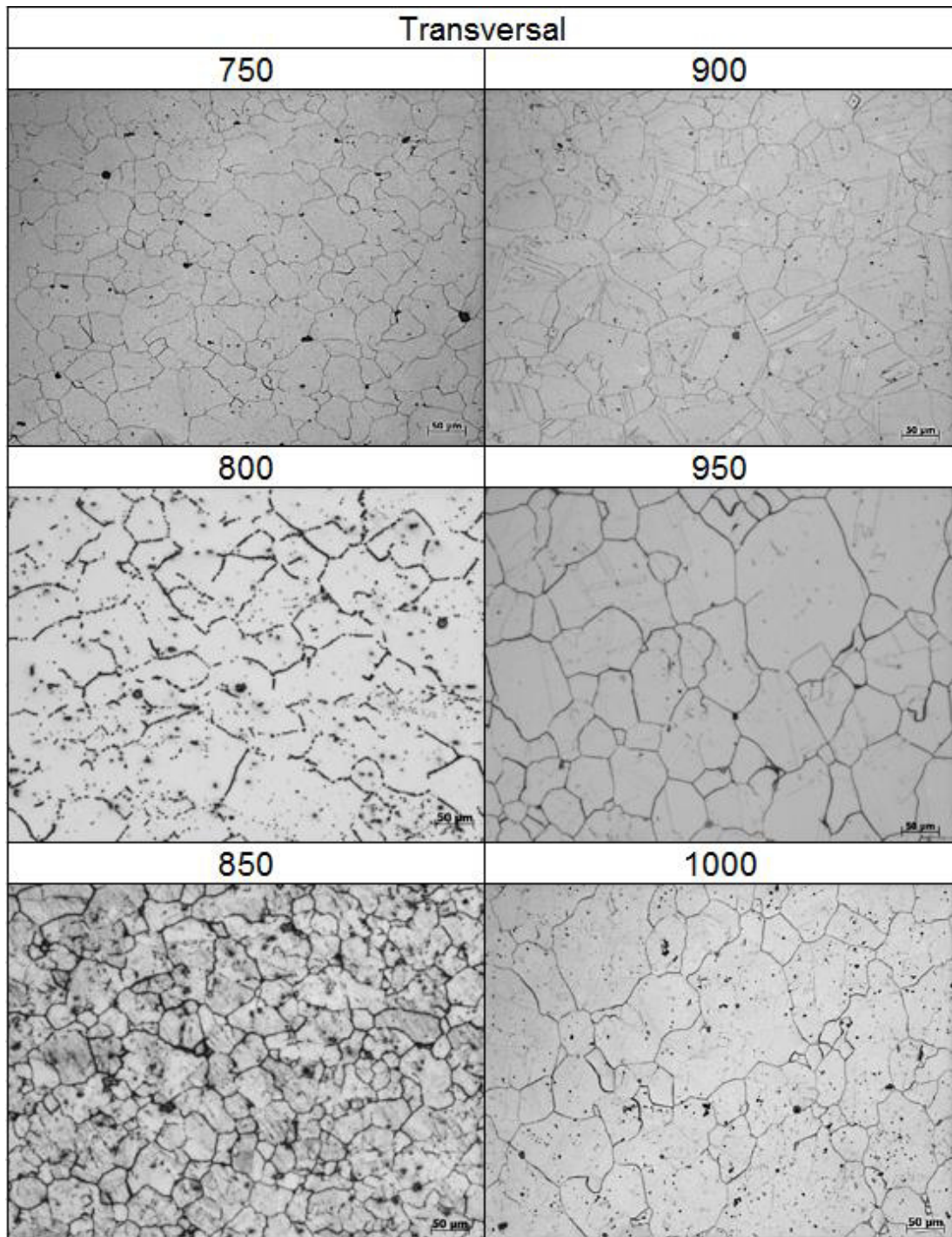


Figura 4.9 Microestructura transversal después de relajaciones de esfuerzos a 10 aumentos.

El área transversal es la de mayor interés ya que si existe alguna dirección de deformación debería de lograr verse en este corte, aun así la microestructura sigue siendo muy diversa entre cada una de las muestras. No es posible distinguir la presencia de maclas en todas las condiciones sin embargo sigue existiendo precipitados de gran tamaño (5 μ m aproximadamente).

4.6 Microscopia electrónica de barrido

Algunas de las micrografías más representativas utilizando la técnica de electrones secundarios se muestran en la siguiente imagen (**figura 4.10**) donde se puede observar precipitación intragranular así como intergranular a lo largo del límite de grano, límite de maclas y de precipitados de mayor tamaño.

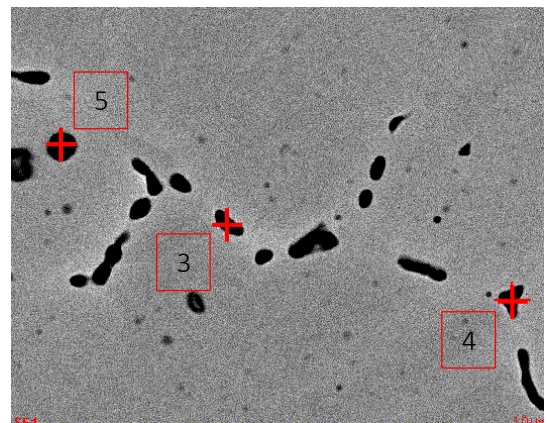
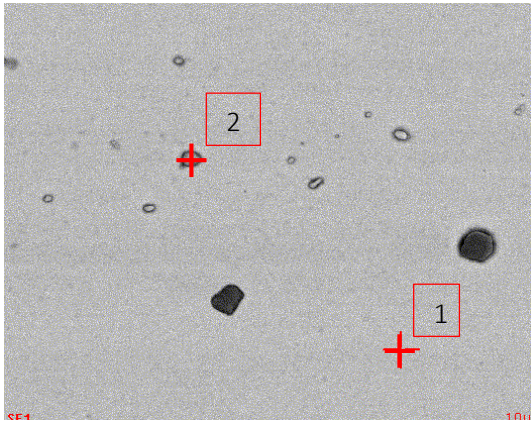
En la siguiente tabla se enlistan los precipitados encontrados en las diferentes condiciones (**tabla 4.2**). Además se observa diferentes morfologías y tamaños de dichos precipitados, los cuales algunos de ellos se lograron identificar utilizando la técnica de electrones retrodispersados (EDS por sus siglas en inglés) obteniendo así la composición química cualitativa de cada uno de ellos (**figura 4.11**).

Condición	MoTi	MoCr	TiN	NiCr
Recibida	✓		✓	
solubilizada	✓		✓	
750	✓		✓	✓
800	✓		✓	✓
850	✓		✓	✓
900	✓		✓	
950	✓	✓	✓	✓
1000	✓	✓	✓	✓

Tabla 4.2 Precipitados encontrados en las diferentes condiciones ensayadas.

Figure 1 displays six SEM images of the surface of the 2015-2016 season's 7500-yr-old mummy, arranged in a 3x2 grid. The images are labeled 750, 900, 800, 950, 850, and 1000, representing different depths or regions. Each image shows a grayscale micrograph of the mummy's surface with various textures and features. Below each image is a scale bar and technical data.

71



Elemento 1	Wt%	At%
CK	05.14	20.71
AlK	01.72	03.08
MoL	08.74	04.40
TiK	01.88	01.90
CrK	18.52	17.22
CoK	10.64	08.73
NiK	53.37	43.96

Elemento 2	Wt%	At%
CK	14.57	46.20
MoL	34.18	13.57
TiK	46.69	37.12
CrK	01.90	01.39
NiK	02.66	01.72

Elemento 3	Wt%	At%
AlK	29.95	47.94
MoL	03.17	01.43
TiK	00.85	00.77
CrK	13.69	11.37
CoK	08.77	06.43
NiK	43.57	32.06

Elemento 4	Wt%	At%
TiL	34.34	30.49
AlK	25.25	39.80
MoL	01.68	00.75
CrK	09.92	08.11
CoK	04.99	03.60
NiK	23.81	17.25

Figura 4.11 Análisis puntual de los precipitados encontrados en la pieza forjada y solubilizada.

Elemento 5	Wt%	At%
NK	10.84	29.79
MoL	03.70	01.49
TiK	85.46	68.72

4.7 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Por medio del análisis de EBSD se observa la orientación preferencial del material debido a la deformación aplicada durante los ensayos de relajación de esfuerzos. En la siguiente imagen (**figura 4.12**) se muestra la figura inversa de polos de cada una de las condiciones ensayadas del área transversal.

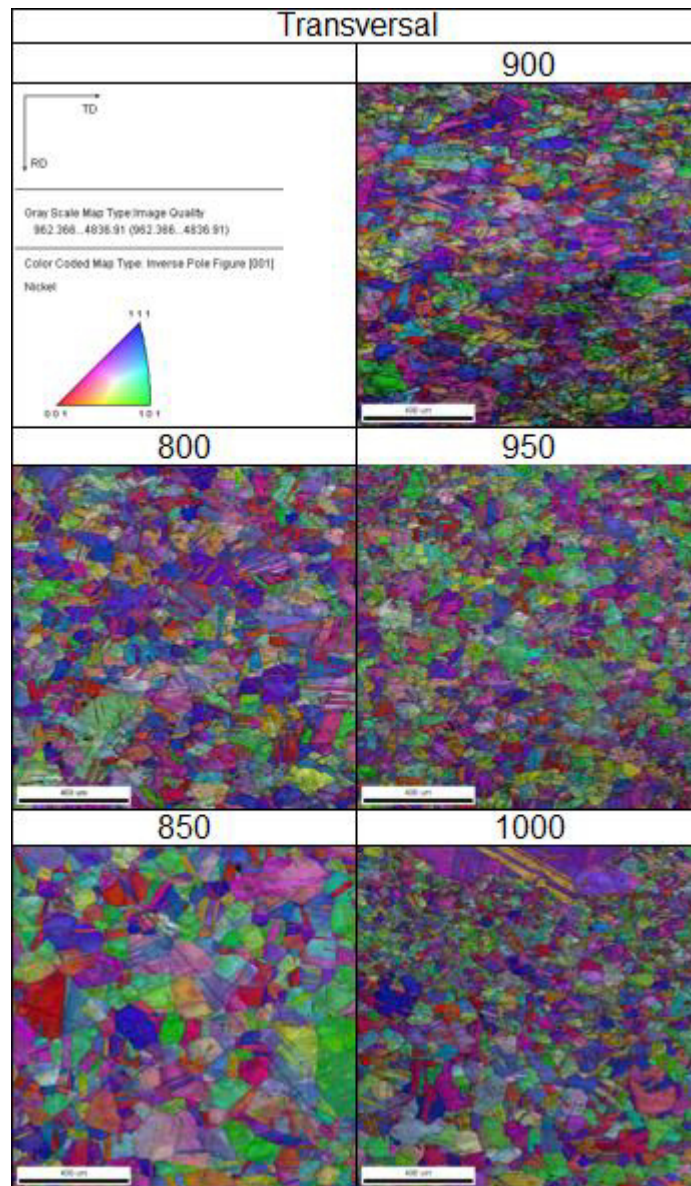


Figura 4.12 Figura inversa de polos en la dirección normal de cada una de las condiciones.

Utilizando la función de distribución de orientación se describe la textura del material en un espacio de tres dimensiones, el cual se define como espacio de Euler. A continuación se muestran (**figura 4.13 y figura 4.14**) los ODF del área transversal a $\varphi_2 = 0^\circ$ y $\varphi_2 = 45^\circ$ respectivamente de cada una de las condiciones ensayadas. Los resultados de los ODF's en la dirección normal de las muestras se resumen en la siguiente tabla (**tabla 4.3**).

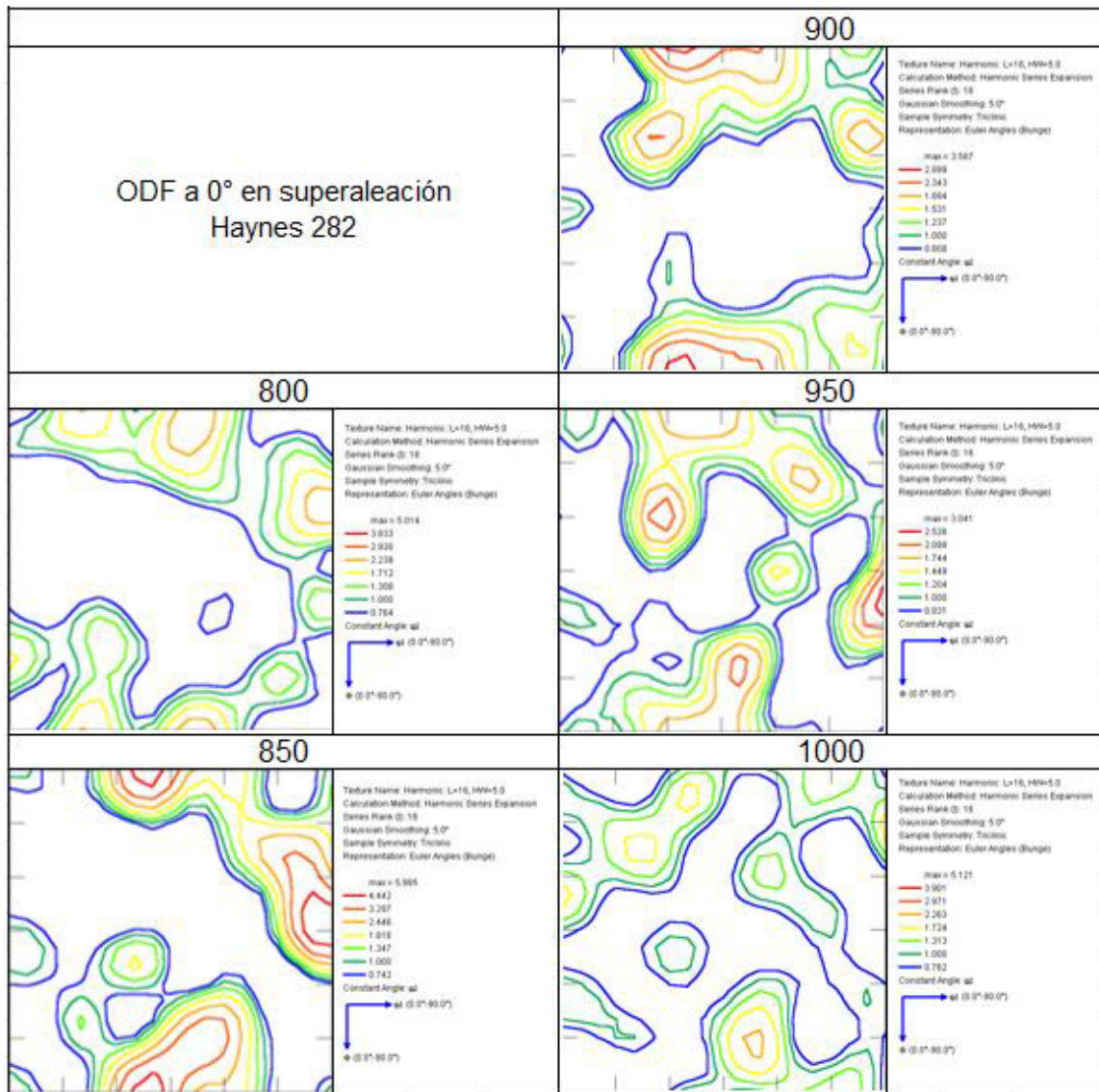


Figura 4.13 Función de orientación de distribuciones (ODF) de las muestras en la dirección normal con $\varphi_2 = 0^\circ$.

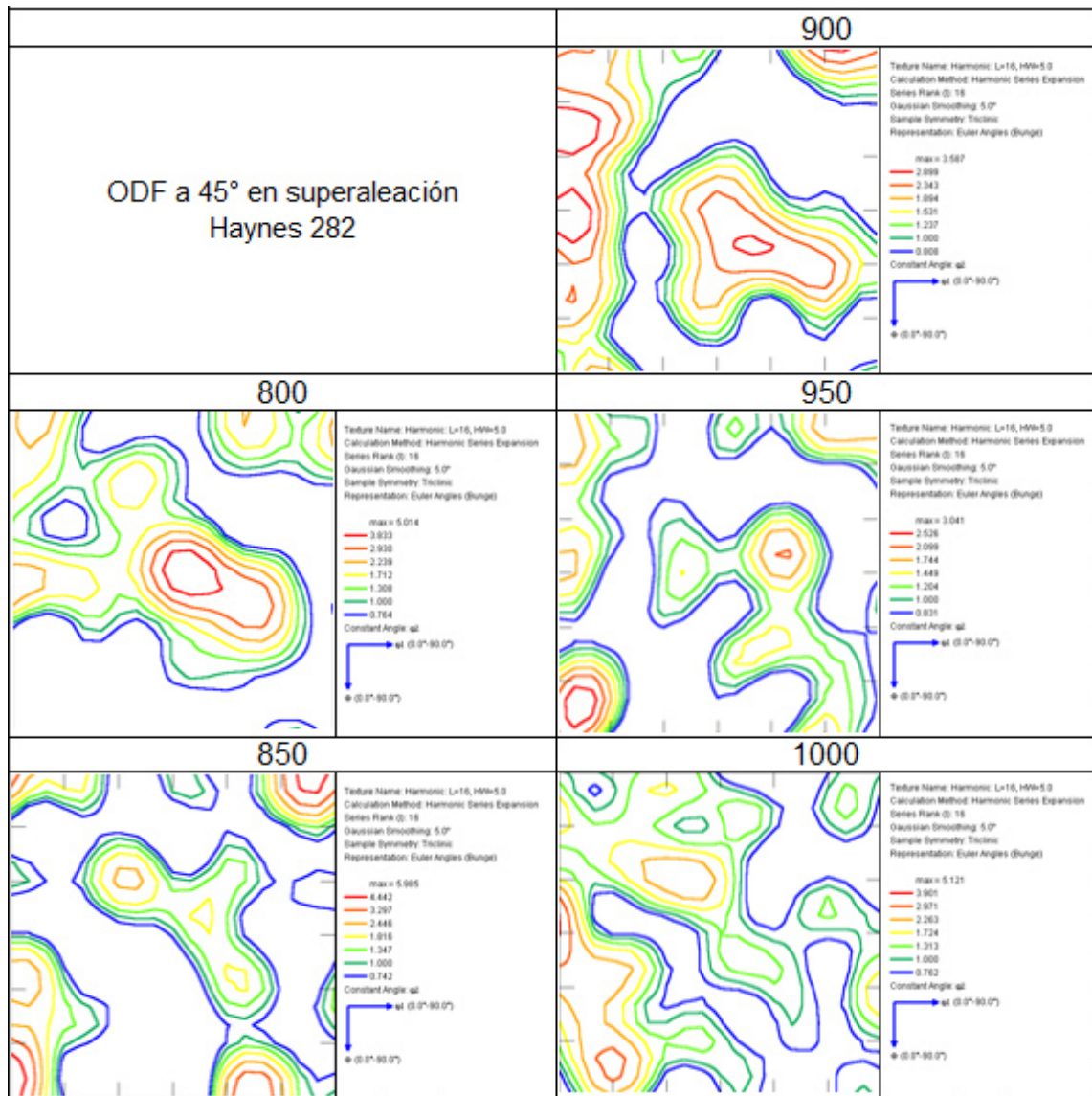


Figura 4.14 Función de orientación de distribuciones (ODF) de las muestras en la dirección normal con $\varphi_2 = 45^\circ$.

Tabla 4.3 Concentrado de resultados de ODF's.

Muestra	Goss Rotado	Fibra α	Cubo Rotado	Fibra θ	Fibra γ	Cubo	Goss
800	1.308	-	2.239	2.239	3.833	-	-
850	4.442	-	4.442	-	-	1	1
900	-	2.899	2.343	-	2.899	-	1
950	2.099	-	1.744	-	-	1	-
1000	-	3.901	1	-	-	0.762	-

Para el análisis de tamaño de grano se utilizaron las micrografías obtenidas por medio de la técnica de EBSD, en la siguiente grafica se observa la variación del tamaño de grano en μm y microdureza en Vickers con respecto a la temperatura (**figura 4.16**).

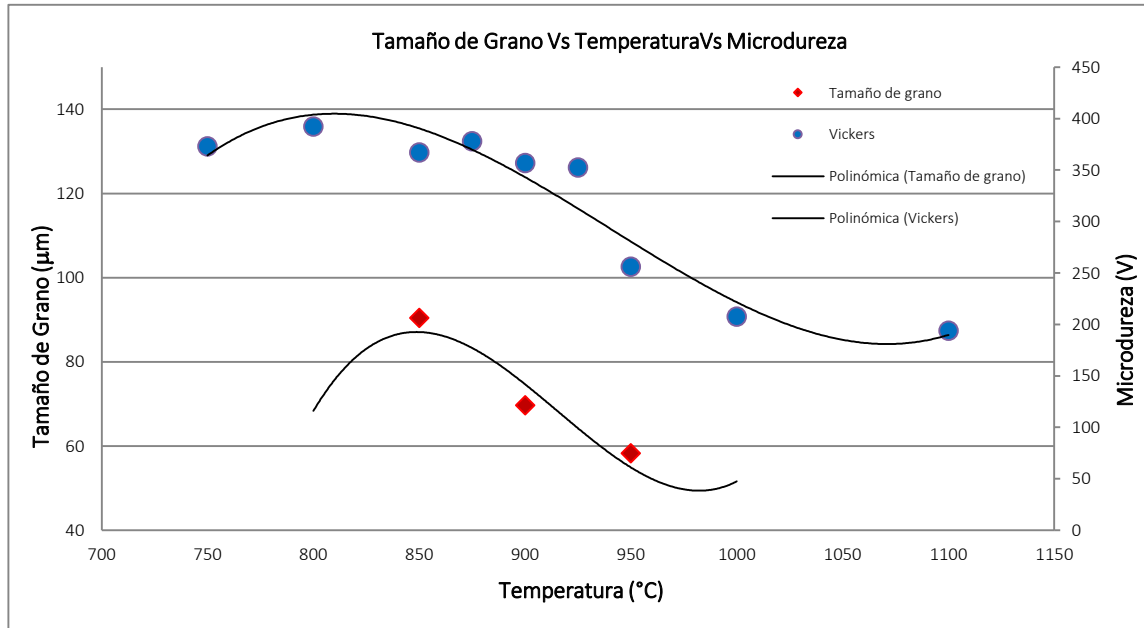


Figura 4.16 Variación de tamaño de grano y microdureza con respecto a la temperatura.

4.8 Microscopía electrónica por transmisión

Se realizó un estudio por medio de energías dispersivas donde primeramente se obtuvo un mapa de la composición química del material y de algunos precipitados encontrados en las muestras 800 y algunos precipitados de la muestra 1000 (**figura 4.17 y figura 4.18**) respectivamente.

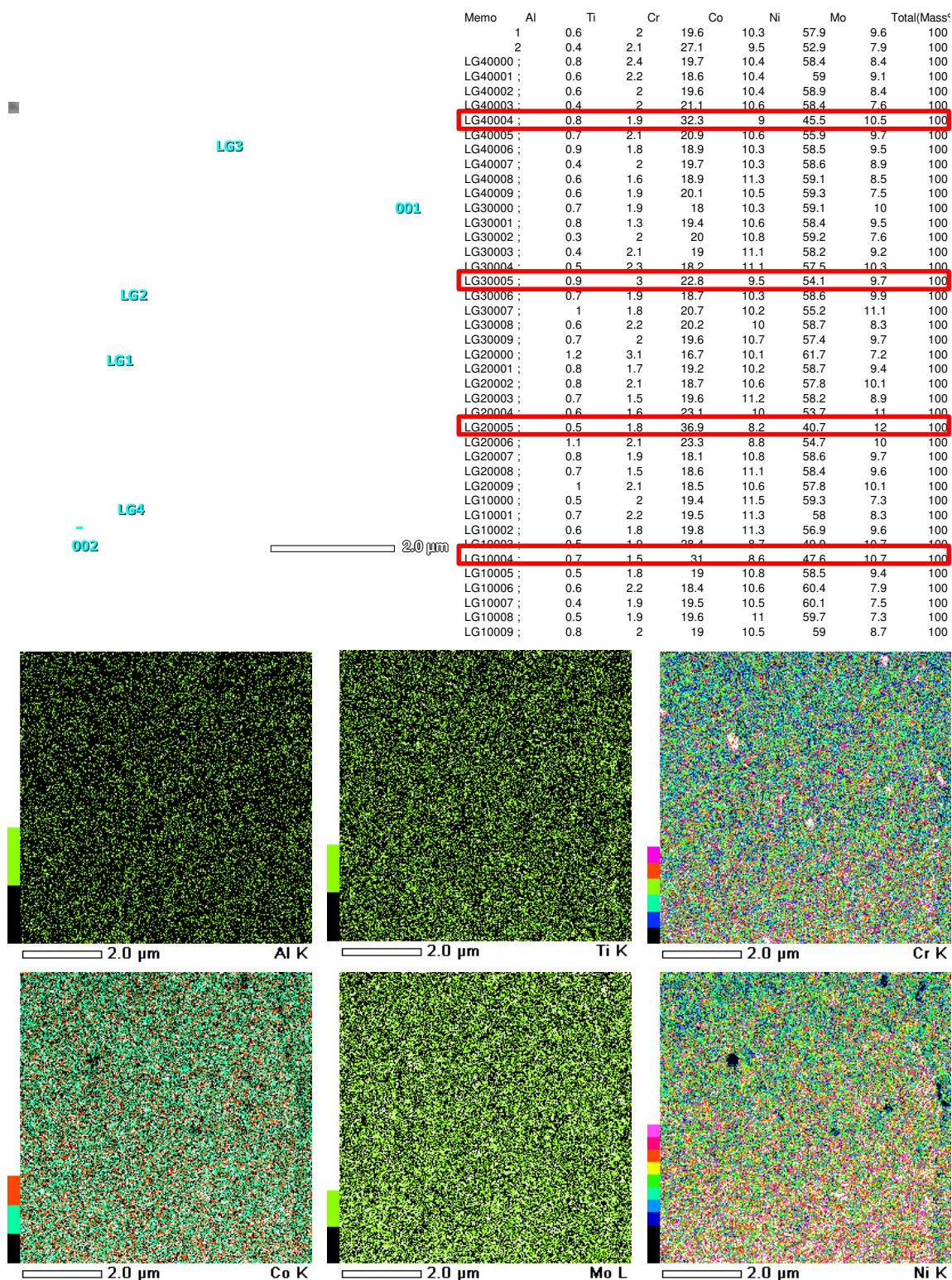


Figura 4.17 Resultados de análisis químico de la matriz y de los precipitados encontrados de la muestra de 800.

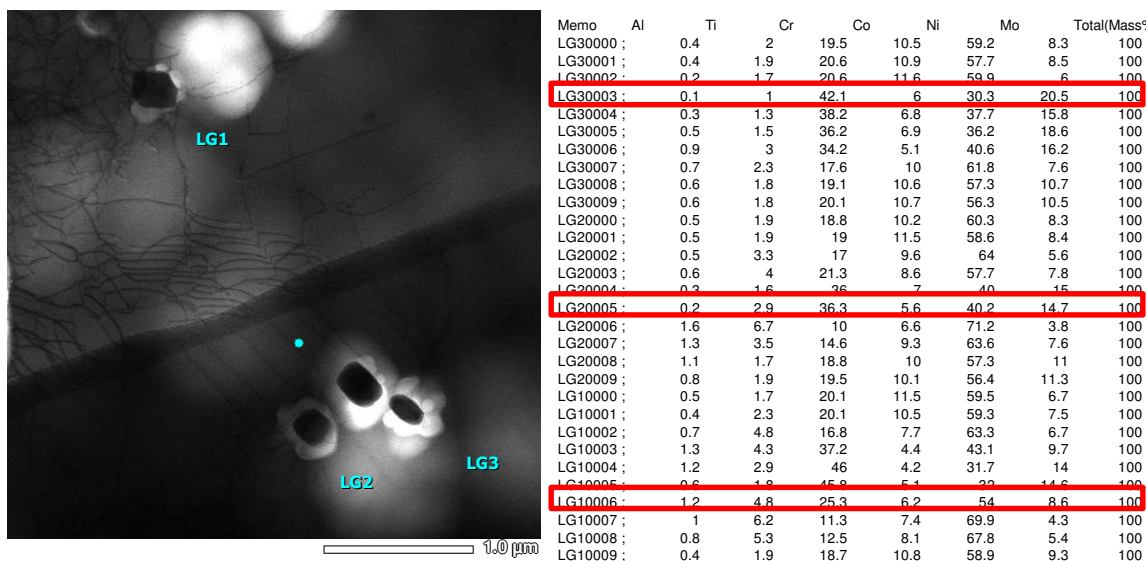


Figura 4.18 Resultados de análisis químico de los precipitados encontrados de la muestra de 1000.

También fue posible obtener el patrón de difracción correspondiente a la fase γ' en las dos muestras utilizando una imagen de campo oscuro como referencia y su estructura cristalina.

En la siguiente imagen (**figura 4.19 y figura 4.20**) se muestra las imágenes de campo claro, la morfología de la fase γ' encontrada así como también el patrón de difracción de dicha fase de las dos muestras analizadas.

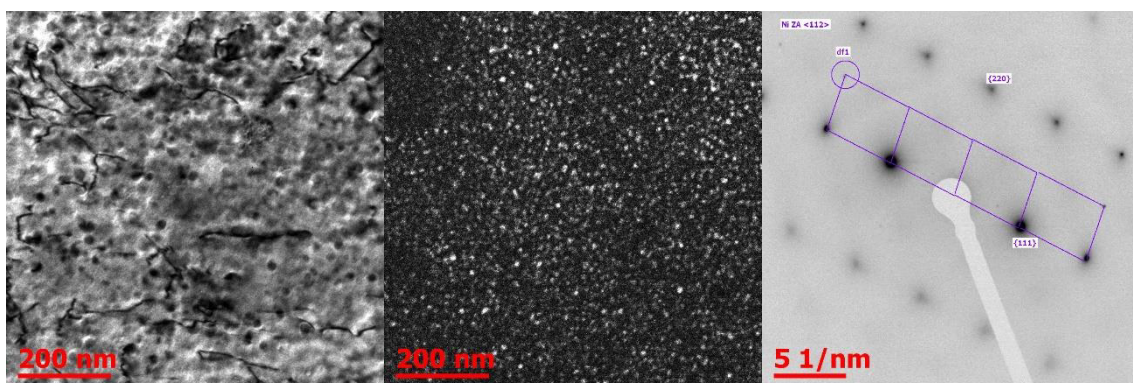


Figura 4.19 Análisis de la muestra de 800 después de ser ensayada por medio de relajación de esfuerzos.

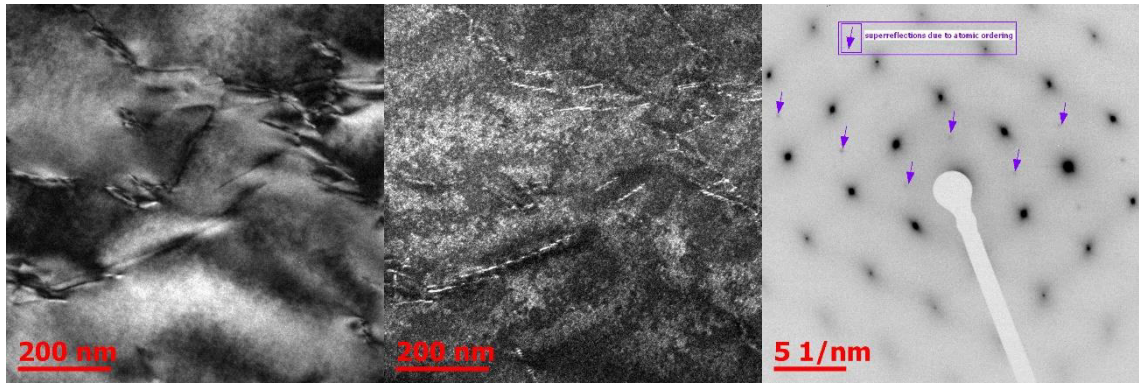


Figura 4.20 Análisis de la muestra de 1000 después de ser ensayada por medio de relajación de esfuerzos.

4.9 Microdureza Vickers

El efecto que tiene en las propiedades mecánicas de la deformación a diferentes temperaturas se midió por medio de microdureza Vickers. En la imagen (**figura 4.21**) se puede observar los valores que se determinaron con dicha técnica. Las propiedades mecánicas en las superaleaciones endurecidas por medio de precipitación dependen directamente del fenómeno de nucleación de partículas. **[Tawancy]** Por lo que era de esperarse una buena uniformidad en los resultados obtenidos por pieza, debido a que existe homogeneidad en el fenómeno de nucleación.

Figura 4.21 Variación de las propiedades mecánicas con respecto a la temperatura en todas las condiciones después de los ensayos de relajación de esfuerzos.

CAPÍTULO V

DISCUSIÓN

5.1 Introducción

A continuación se hará una descripción de la técnica utilizada para obtener la cinética de precipitación, sus ventajas y confiabilidad durante la construcción del diagrama PTT de la superaleación Haynes 282 tratada termomecánicamente.

Posteriormente se corroboraran la presencia de fases y precipitados secundarios, y finalmente se analizara la influencia en la orientación cristalográfica debido a la deformación en cada una de las condiciones ensayadas.

5.2 Método de relajación de esfuerzos en superaleaciones

La relajación de esfuerzos es una respuesta del material, la cual depende del tiempo, temperatura y deformación a la cual es sometido. El comportamiento de la superaleación Haynes 282 una vez que se somete a un esfuerzo inicial y manteniéndolo constante, se ve reflejado en las variaciones de esfuerzo en un periodo de tiempo determinado.

Primeramente y en base al análisis por medio del DTA se seleccionó el rango de temperatura al cual se realizaron los ensayos de relajación de esfuerzos.

Una vez obtenidos los resultados se compararon con trabajos anteriores como el de **Monajati** y colaboradores quienes hicieron un estudio en una superaleación Udimet 720 y encontraron un pico exotérmico el cual lo relacionan a la temperatura de disolución de la fase γ' en un rango de temperatura de 1120°C

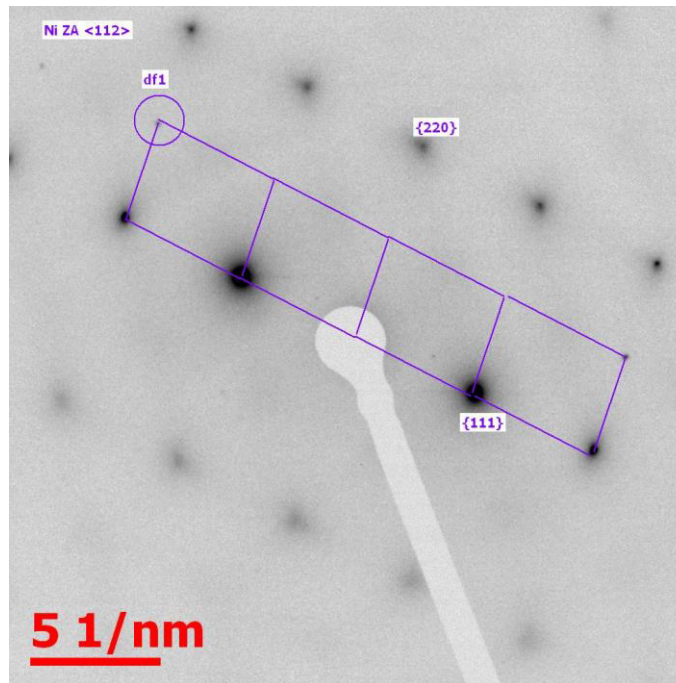
a 1150°C. Por otro lado **trexler** y colaboradores encontraron en la superaleación GTD-111 DS, algunas otras transformaciones exotérmicas y endotérmicas correspondientes a precipitación de carburos secundarios, así como también las transformaciones de fases. Específicamente la fase γ' en el rango de temperatura de 1211°C a 1193°C. A pesar de que el análisis DTA en el presente trabajo fue hasta 1400°C, no fue posible determinar la presencia de la precipitación de dicha fase.

El resultado obtenido para la Haynes 282, presenta un pico exotérmico el cual se encuentra en el rango 792.8°C a 1,224.7°C. Este puede relacionarse al proceso de recristalización, dejando fuera la posibilidad de que sea precipitación de la fase γ' debido a que el rango de temperatura es mucho mayor, aun así para la comprobación de esto se decidió utilizar la técnica de DRX, ya que **Matysiak** y colaboradores analizaron una Haynes 282 por medio de esta misma técnica. Encontrando los difractogramas de la matriz γ además de carburos de Ti, los cuales corresponden de manera muy semejante a los patrones adquiridos en el proyecto.

Se encontró la presencia de Mo(Cr,Ti) TiN y NiCr difractados en los mismos planos de la matriz. Los cuales se corroboran más adelante por medio del microscopio electrónico de barrido. En la siguiente (**figura 5.1**) se observa el difractograma obtenido en la condición solubilizada, el cual es muy similar en las diferentes condiciones estudiadas.

En la figura se aprecian las intensidades de los planos difractados en la muestra, además en el anexo se encuentra los valores de $d_{(hkl)}$ el espaciamiento de a_0 y los parámetros de red de los patrones encontrados en la superaleación Haynes 282.

Las micrografías obtenidas por medio del microscopio óptico muestran el efecto de la deformación y temperatura, se puede apreciar el crecimiento de granos a lo largo del rango de temperatura. De manera longitudinal se puede observar gran densidad de maclas y diferentes precipitados presentes intergranular e intragranular, además de manera transversal se puede diferenciar



Recientemente se encontró que por medio de la técnica de relajación de esfuerzos es posible identificar la cinética de recristalización estática a temperaturas por debajo de la temperatura crítica de recristalización estática, así como también la cinética de precipitación inducida por deformación. **[medina]** Actualmente se ha desarrollado este método en su mayoría para el estudio en aceros **[cabello][liu][medina][povolo][cao][baddoes]** y algunas otras en superaleaciones **[martin][thomas][monajati]**. Aun así la metodología utilizada para determinar los intervalos de precipitación es muy diferente y aún sigue en desarrollo.

El método de relajación de esfuerzos describe una curva expresada en tiempo-deformación donde se relaciona una meseta en la curva con el inicio y fin

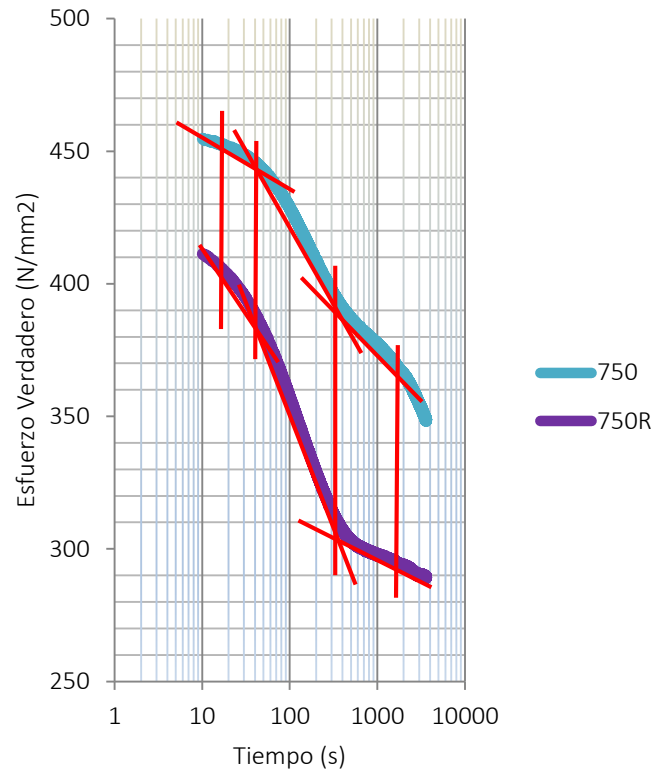
de la precipitación inducida por deformación. **[medina]** Dicha cinética de precipitación es de gran interés para la industria pues no todas las fases presentes favorecen las propiedades del material. Además, existen otros aspectos como la distribución, morfología de precipitados y densidad de dislocaciones que se identifican también por este método.

Para esto existen diferentes métodos para corroborar la cinética de precipitación, por ejemplo: por medio de microscopia electrónica de películas delgadas o de extracción de réplicas, análisis de curvas de calentamiento a altas temperaturas, mediciones de resistividad eléctrica por mencionar algunas. **[liu]**

En el presente trabajo se optó por diferentes técnicas para la evaluación y corroboración de precipitación empezando por microscopia electrónica de barrido donde se analizaron las piezas con diferentes magnificaciones y poder distinguir las diferencias entre cada una de las diferentes condiciones.

5.2.1 Reproducibilidad y repetitividad

Una de las ventajas de la técnica de relajación de esfuerzos es que te permite hacer ensayos tantos como sea necesario para la corroboración de fenómenos estudiados. Además de tener una buena



5.2.2 Determinación de intervalos de precipitación

Dicho fenómeno se ve afectado por la temperatura y composición química los cuales son determinantes para llegar a comprender la cinética de precipitación inducida por deformación, puesto que las variaciones que llegan a presentarse en las curvas obtenidas se deben a la fracción volumétrica de los precipitados formados durante la relajación de esfuerzos.

5.3 Diagrama precipitación-tiempo-temperatura (PTT)

Aun así no solo de la fracción volumétrica de la precipitación es importante si no también su morfología, la distribución y la orientación; afectando de manera directa las propiedades del material y por lo cual se busca los parámetros óptimos para obtener las condiciones más favorables para la aplicación

Otro factor importante es la deformación a la que se somete el material, ya que mediante la recuperación y recristalización durante el ensayo es posible disminuir la deformación, mientras que la precipitación inducida evita la disminución de esfuerzo. **[cao]** en el caso de la superaleaciones Haynes 282 se puede apreciar una diferencia en la microestructura en cada una de las diferentes condiciones, lo cual se le atribuye a la capacidad del material que por medio de la precipitación obstaculice la deformación y disminuya el esfuerzo.

El efecto de la temperatura y composición química son determinantes para llegar a comprender la cinética de precipitación, puesto que las variaciones que llegan a presentarse en las curvas obtenidas se deben a la fracción volumétrica de los precipitados formados durante la relajación de esfuerzos.

Para poder obtener altas concentraciones de precipitados es necesario producir un alto nivel de energía de activación esto, por medio de la temperatura lo que provocaría un aceleramiento en la cinética de precipitación.

5.4 Análisis de orientación cristalográfica

En base al análisis por EBSD de las muestras estudiadas, se observa una variación en la microtextura del material, por lo cual no se puede llegar a determinar una orientación preferencial en la superaleación Haynes 282. Es importante mencionar que en algunas investigaciones anteriores tampoco fue posible determinar una orientación preferencial específica. Aun así tawancy y colaboradores lograron identificar orientación de carburos secundarios como se muestra en **[matysiak]**

$$\begin{aligned} & [110]MC//[110] \text{ carburo secundario } //[110]\sigma//[110]\gamma'//[110]\gamma \\ & (-111)MC//(-111) \text{ carburo secundario } //(001)\sigma//(-111)\gamma'//(-111)\gamma \end{aligned}$$

CAPÍTULO VI

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1 Introducción

En el presente capítulo se describen las conclusiones generales y específicas del trabajo, así también se enlistan recomendaciones para un futuro proyecto de investigación.

6.2 Conclusiones generales

- Es posible determinar la precipitación inducida por deformación utilizando el método de relajación de esfuerzos en una superaleación base Ni.
- Por medio del estudio realizado en el presente trabajo fue posible construir el diagrama precipitación-tiempo-temperatura para la aleación Haynes 282 en el rango de temperatura de 750°C a 1,000°C por un periodo de tiempo de una hora. De esta manera

6.5 Conclusiones específicas

- Al solubilizar el material no se tuvo éxito debido a que la temperatura fue muy baja y se precipitaron partículas de TiAl en los límites de grano.
- Se observaron diferencias significativas en la microestructura del material. Tanto en la condición solubilizada como en la recibida se encontraron maclas posiblemente debido a la deformación previa que no fue posible eliminarla completamente.
- Por medio del análisis diferencial térmico se confirmó una transformación exotérmica entre el rango de 729.8°C a 1,224.7°C.

- Se logró identificar la presencia de Mo(Cr,Ti) TiN y NiCr por medio de la técnica de difracción de rayos X y por microscopia electrónica de barrido.
- Las variaciones de tamaño y forma en la precipitación de la fase γ' debido al efecto de microsegregación se observan en las condiciones de 800°C y 1,000°C.
- Un incremento en la dureza mecánica corroborada por microdureza vickers se observa en la condición a 800°C.
- Por medio de las micrografías obtenidas es posible observar en la condición de 900°C y 925°C precipitados dentro de los granos y a lo largo del límite de grano.
- Los tiempos de precipitación más largos fueron encontrados en las condiciones de 750°C y 950°C.
-

6.6 Recomendaciones

- Analizar todas las condiciones con la técnica de EBSD y corroborar la no orientación preferencial del material.
- Analizar todas las condiciones con la técnica de microscopia electrónica por transmisión y observar diferencias entre ellas específicamente en la fase γ' .

REFERENCIAS

- [1] Reed. Roger C., (2006), The Superalloys Fundamentals and Applications. Cambridge University Press.
- [2] Arechaga R. U., et all. (2012), Materiales de alto rendimiento para el sector más exigente. www.interempresas.net
- [3] Rozman K.A., (2007), Industrial gas turbines-performance and operability. Woodhead.
- [4] Sims Chester T., Stoloff Norman S., Hagel William C., (1987), Superalloys II: High-temperature materials for aerospace and industrial power. John Wiley & sons.
- [5] Donachie Matthew J; Donachie Stephen J., (2002) Superalloys a technical guide, Second edition, ASM international.
- [6] Cantor B., Assender H., Grant P., (2001) Aerospace materials series in materials science and engineering institute of physics. Publishing Ltd.
- [7] Slama C, et all. (2000) Structural characterization of the edge Inconel 718. Elsevier Ltd., pag. 277-284.
- [8] Pike L. M., et all. (2008) Development of a fabricable gamma prime (γ') strengthened superalloy. The Minerals, Metals and Society. TMS.
- [9] Bhadeshia H. K. D. H., (2003) Nickel based superalloys. University of Cambridge www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html
- [10] Pareda D. M., Superalesaciones base Ni. Estructura y propiedades de las aleaciones.

- [11] Semiatin S. L., et all. (2016), Precipitation in powder metallurgy, nickel-base superalloy: review of modelling approach and formulation of engineering methods to determine input data. Springer Open Journal.
- [12] Engler O., Randle V., (2010) Introduction to texture analysis. Macrotecture microtexture and orientation mapping. 2nd ed. CRC Press.
- [13] Wilkinson A.J., et all. (2012) Strains, planes and EBSD in materials science. Elsevier Ltd.
- [14] Mitsche S., et all. (2011) Assessment of dynamic softening mechanisms in Allvac®718 Plus™ by EBSD analysis. Elsevier Ltd.
- [15] Oxford Instruments., EBSD characterization of a crept nickel alloy. www.ebsd.com/images/articles/15/ebsdanalysisofacreptnickelalloy.pdf
- [16] Oxford Instruments., Investigating the effects of GdNi₅ precipitates on the thughness of a Ni-based superalloy. www.oxford-instruments.com/getmedia/4b36eaaf-410a-45dd-99c2-b32379f6be78/investing-the-effects-of-GdNi5-precipitates-on-the-thughness-of-a-ni-based-superalloy.
- [17] Bhadeshia H. K. D. H., Crystallography materials science and metalugy. www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/teaching.html
- [18] Haynes International Inc., H-3172A, alloy at glance Haynes®282®Alloy www.haynesintl.com.
- [19] Haynes International Inc., H-3173, High temperature alloy Haynes®282®Alloy www.haynesintl.com.
- [20] Klarstrom D.L., et all. (2013), Nickel-base alloy solutions for ultrasupercritical steam power plants. Elsevier Ltd.
- [21] Boehlert C.J., et all. (2011), A comparison of the microstructure and creep behavior of cold rolled Haynes®230Alloy™ and Haynes®282Alloy™.

- [22] Ghoneim A., et all. (2010), Microstructure and mechanical response of transient liquid phase joint in Haynes 282 superalloy. Elsevier Inc.
- [23] Santella M., et all., (2010) Materials for advanced ultra-supercritical steam boilers in the 24th Annual Conference on Fossil Energy Materials, Pittsburg PA.
- [24] Callister D. W., Rethwisch G.D., (2009) Materials science and engineering an introduction. 8th ed. John Wiley & Sons Inc.
- [25] Askeland D. R., (1998). Ciencia e Ingeniería de los Materiales. 3^{ra} ed. Editorial Thomson.
- [26] Porter D. A., Eastering K. E., Sherif M. Y., (2009) Phase transformation in metals and alloy 3^{ed} ed. CRC Press, Taylor & Francis Group.
- [27] Dieter G. E., (1961) Metallurgy and metallurgical engineering Mc Graw Hill Book Company. Estados Unidos (1988).
- [28] San-Sebastián M., Piñol- Juárez A., López B., Gutiérrez I., (2002) Conformabilidad en caliente de superaleaciones base níquel. VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos.
- [29] Navarro F., (2007), Estudio del efecto de la temperatura sobre la microestructura y propiedades mecánicas del cobre puro procesado por ECAP. www.docplayer.es/9678430proyecto-de-fin-de-carrera-ingenieria-industrial.html
- [30] Yuan H., et all. (2005) Effect of the δ phase on the hot deformation behavior of Inconel 718. Elsevier B. V.
- [31] Martin U., et all. (1998) Stress relaxation in superalloys due to microstructural changes. Mechanics of Time-Dependent Materials. Kluwer Academics Publishers.

- [32] Monajati H., et all. (2005) Strain induced γ' precipitation in nickel base superalloy Udimet 720 using a stress relaxation based technique. Elsevier Ltd.
- [33] Thomas A., et all. (2006) High temperature deformation of Inconel 718. Journal of Materials Processing Technology. Elsevier B. V.
- [34] Medina S.F., et all. (1997) Determination of precipitation-time-temperature (PTT) diagrams for Nb, Ti or V micro-alloyed steels. Journal of Materials Science.
- [35] Archambault P., et all. (2000) High temperature precipitation kinetics and TTT curve of a 7xxx alloy by in-situ electrical resistivity measurements and differential calorimetry. Scripta Mater. Elsevier Science Ltd.
- [36] Povolo E., et all. (2001) Relajación de tensiones por curvado A 773K en AISI 316. Jornadas-SAM-CONAMET-AAS.
- [37] Cao y., et all. (2012) Strain induced precipitation in a Ti micro-alloyed HSLA Steel. Materials science and engineering A. Elsevier B. V.
- [38] Wang Z., et all. (2011) Strain-induced precipitation in a Ti micro-alloyed HSLA steel. Materials science and engineering A. Elsevier B. V.
- [39] Nicasio L. A., Métodos de difracción de rayos X. http://cassandra.cio.mx/clases2008/estado_solido/Los%20rayos%20X.pdf
- [40] Tawancy H. M., (1992) Nucleation of γ'' -phase in a nickel-base superalloy. Journal of materials science letters. Chapman & Hall.
- [41] Matysiak H., et all. (2013) Microstructure of Haynes® 282® superalloy after vacuum induction melting and investment casting of thin-walled components. Open access materials